

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①② **Offenlegungsschrift**
①⑩ **DE 40 36 274 A 1**

⑤① Int. Cl.⁵:
H 01 B 1/20
C 09 J 9/02
C 09 J 163/00
H 01 R 4/04
// H 05K 13/04, 3/32

②① Aktenzeichen: P 40 36 274.4
②② Anmeldetag: 14. 11. 90
④③ Offenlegungstag: 6. 6. 91

DE 40 36 274 A 1

③③ Unionspriorität: ③② ③③ ③①

14.11.89 US 436199 04.06.90 US 533682
02.11.90 US 607554

⑦① Anmelder:

Durand, David, Providence, R.I., US; Vieau, David P.,
East Greenwich, R.I., US; Wei, Tai Shing, Warwick,
R.I., US; Chu, Ang-Ling, Cranston, R.I., US

⑦④ Vertreter:

Pagenberg, J., Dr.jur.; Frohwitter, B., Dipl.-Ing.,
Rechtsanwälte; Geißler, B., Dipl.-Phys., Dr.jur., Pat.-
u. Rechtsanw.; Kowal-Wolk, T., Dr.jur., Rechtsanw.;
Bardehle, H., Dipl.-Ing.; Dost, W., Dipl.-Chem.
Dr.rer.nat.; Altenburg, U., Dipl.-Phys., Pat.-Anwälte,
8000 München

⑦② Erfinder:

gleich Anmelder

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Feuchtigkeitsbeständige elektrisch leitende Kleber, Herstellungsverfahren und ihre Anwendung

Ein elektrisch leitender Kleber, der, wenn er benutzt wird, um elektrisch leitende Berührungsflächen zu binden, im wesentlichen stabile Leitfähigkeitsmerkmale unter sehr feuchten Bedingungen bereitstellt; bestehend aus einem Träger, der eine volumetrische Schrumpfung von mehr als ungefähr 6,8% (vol.) bereitstellt, und einen leitenden Füllstoff, enthaltend Agglomerate, Partikel, Pulver, Flocken, beschichtete Nickelpartikel und beschichtete Glassphären, mit einer Größe und Oberflächenmerkmalen, die einen stabilen elektrischen Kontakt durch Ausbilden eines feuchtigkeitsbeständigen Kontakts mit einer elektrischen Komponentenzuleitung bilden. Der Träger mit einer volumetrischen Schrumpfung zwischen dem unvernetzten und vernetzten Zustand von mehr als ungefähr 6,8% (vol.) scheint eine Verdichtung der Füllstoffpartikel zu bewirken, was verursacht, daß die Partikel in verbesserten elektrischen Kontakt mit der zu verbindenden Oberfläche zu zwingen sind, und scheint eine Maßnahme der Verdichtung zwischen den Partikeln selbst zu schaffen, um die Partikel-Partikel-Leitung zu verbessern. Die Schrumpfung des polymeren Trägers während der Vernetzung stellt die inneren Partikel unter Druck mit genügend Kraft, um die Partikel miteinander in Verbindung zu bringen und auch um zu verursachen, daß die Partikel nicht-leitende Oxide, die auf der Komponentenzuleitung anwesend sein können, zu durchdringen.

DE 40 36 274 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft elektrisch leitende Kleber (Kitte, Leime, Klebstoffe, im weiteren Kleber genannt) oder Klebstoffe und im besonderen elektrisch leitende Kleber mit vorzüglicher Langzeit-Leistung bei hohen Temperaturen und sehr feuchten Umgebungen.

Elektrisch leitende Kleber und Klebstoffe werden typischerweise aus Einzel- oder Multi-Komponenten nicht-leitender Trägermaterialien und leitender Füllstoffe wie Metall oder metallischen Partikeln oder metallische Partikel enthaltende Verbindungen hergestellt. Während verschiedene Kleber als Träger bzw. Bindemittel benutzt werden können, sind Multi-Komponenten-Epoxidharze, Einzel-Komponenten-Systeme die auf Lösungsmitteln basieren, und Kombinationen davon, benutzt worden. Epoxidharze haben eine lange Gebrauchsfähigkeitsdauer, gute Bindungseigenschaften und können mit vielen Materialien vernetzt werden. Ähnlich können Einzel-Komponenten-Systeme, die auf Lösungsmitteln basieren, leicht vernetzt werden durch Austreiben des Lösungsmittels, um eine starke und zuverlässige Bindung mit vielen Materialien zu bilden. Die Füllstoffe sind typischerweise Edelmetalle, wie z. B. Gold oder Silber, die verschiedene partikuläre Größen haben. Ein bevorzugter Füllstoff ist eine Mischung aus flockenförmigen und nicht-flockenförmigen Partikeln verschiedener Größen. Die Partikel können im wesentlichen fest oder in einigen Fällen metall-beschichtete nicht-leitende Körper sein. In einer typischen Formulierung kann der leitende Füllkörper ungefähr 75 Gewichtsprozent oder mehr als Gesamtmaterial mit dem Träger, der das restliche Material beinhaltet, beinhalten. Es wurde gedacht, daß Metalle oder metallbeschichtete Partikel in Form von Flocken oder Plättchen, die Bahn-Leitfähigkeits-Merkmale von solchen leitenden Klebern bereitstellen, weil sich die Flocken gern in einer kontinuierlichen überlappenden Verbindung in dem vernetzten Träger ausrichten, um einen Elektronenweg bereitzustellen. Nicht-flockige leitende Füllstoffe in dem Träger sind gedacht, um Zwischenräume zwischen den flockigen Partikeln auszufüllen, um eine vergrößerte Leitfähigkeit bereitzustellen.

Moderne elektrische Schaltkreise können als traditionelle feste Leiterplatten (PCBs) unter Benutzung eines subtraktiven Verfahrens hergestellt werden, in welchem Kupferspuren und Anschlußleisten Schaltkreise bilden, die aus einer Kupferfoliensicht, die mit einer festen, nicht-leitenden Schaltplatte oder einem Substrat verbunden ist, geätzt sind. Elektrische Komponenten sind an diesen Schaltkreisen angebracht durch Durchführen ihrer gewöhnlich mit Lötzinn versehenen Zuleitung durch Befestigungslöcher in der Schaltplatte und Verbinden der Zuleitung mit Anschlußleisten durch Blei/Zinn-Ätzung. Es ist auch bekannt, sogenannte "flexible Schaltkreise" herzustellen, in welchen Kupferspuren und Anschlußleisten auf einer flexiblen Schicht oder einem Substrat aus z. B. Polyimid- oder Polyesterflächen, wie KAPTON™ Polyimid im Bereich von 1 bis 5 mil Dicke gebildet werden. Elektronische Komponenten sind mit solchen Schaltkreisen verbunden durch Durchführen ihrer Zuleitungen durch Befestigungslöcher in der flexiblen Schicht und Verbinden der Zuleitung mit Anschlußleisten durch Blei/Zinn-Löten. Früher wurden auf der Oberfläche angebrachte Komponenten (SMC) entwickelt, in welchen die Komponentenzuleitungen lediglich über Anschlußleisten positioniert sind und an einen Platz gelötet sind, der einen stumpfen Stoß bildet.

Oberflächen-Befestigungs-Technologie kann sowohl mit festen als auch mit flexiblen Substraten benutzt werden.

Traditionelle Löt-Verbindungssysteme stellen hochentwickelte Technologien dar mit erwiesenen Leistungen unter verschiedenen Temperaturen und Feuchtigkeits-Bedingungen, besonders Hochtemperatur und sehr feuchten Bedingungen. Jedoch enthalten traditionelle Löt-Verbindungssysteme meist ausgedehnte chemische Verarbeitung mit verschiedenen Typen von Ätzmitteln und ähnlichen Chemikalien, um einen Schaltkreis auf einem Substrat herzustellen, und fordert auch verschiedene Lötmittel und Lösungsmittel, um gelötete Verbindungen zu bewirken. Weiter enthält das traditionelle Löt-Verbindungssystem die Anwendung von der wesentlichen Menge an Hitze, um das Lötmaterial zu schmelzen, um eine Verbindung herzustellen. Während feste Substrate und bestimmte relativ teure Polyimide entworfen sind, um sich der Löthitze anzupassen, sind flexible Substrate, die die weniger teuren Polymere wie z. B. Polyester benutzen, empfindlicher gegenüber Hitzeschaden aufgrund ihres relativ dünnen Querschnitts, einer geringen Hitzekapazität und Empfindlichkeit für Verzerrung. Z. B. können gelötete Verbindungen auf einem flexiblen Polyestersubstrat lokale "Faltenbildung" des Substrats auslösen, Veränderung in den Zentrum-Zentrum-Dimensionen von verschiedenen Anschlußleisten und Verwölbung des gesamten Substrats.

Bemühungen wurden gemacht, um elektrisch leitende Druckfarben, Kleber und Klebstoffe zu benutzen, um traditionelle Lötverbindungssysteme durch sowohl feste als auch flexible Substratanwendungen zu ersetzen. Z. B. elektrisch leitende Druckfarben-Schaltungen mit Anschlußleisten wurden auf ein flexibles Polyestersubstrat gedruckt und leitende Anschlüsse von SMC-Vorrichtungen dann mit elektrisch leitendem Kleber an Anschlußleisten geklebt. Vorteilhafterweise kann der resultierende flexible gedruckte Schaltkreis einfach aufgebaut werden, um in eine speziell aufgebaute Hülle, die vergrößerte Entwurfsflexibilität bereitstellt, zu passen. Zusätzlich wird geschätzt, daß ein erfolgreiches lötfreies Verbindungssystem, das leitende Druckfarben, Kleber und billige flexible Substrate verwendet, merkliche Kosteneinsparungen gegenüber den traditionellen Lötverbindungssysteme bereitstellt. Der Ausdruck "leitender Kleber" wie er hier benutzt wird, meint eine Zusammensetzung oder ein Material das elektrische Kontakte herstellt und eine mechanische Verbindung von getrennten Körpern, z. B. einer Zuleitung und einer Anschlußleiste, aufzubauen.

Während konventionelle elektrisch leitende Kleber gewöhnlich nicht die Leitfähigkeit von festen Metallen oder Lötlegierungen besitzen, ist ihre Leitfähigkeit (z. B. 100 Milli-Ohm pro geklebte Verbindung verglichen mit 10 Milli-Ohm pro gelötete Verbindung) ausreichend für viele elektrische Schaltkreise. Z. B. wird ein Verbindungswiderstand bzw. Anschlußwiderstand von einem Ohm oder so zwischen einer Komponenten-Zuleitung und ihrer Anschlußleiste einen kleinen Effekt haben, wo die Komponente ein Widerstand oder eine andere Einrichtung mit einem Widerstand oder einer Impedanz von mehreren 100 oder 1000 Ohm oder mehr ist. Während der Verbindungswiderstand in nicht-ohmsche Schaltanwendungen wichtiger wird, kann ein Schaltkreis gewöhnlich entworfen werden, um sich einem weiten Bereich von kumulativen Verbindungswiderständen anzupassen. Zusätzlich zu dem quantitativen Aspekt eines Verbindungswiderstandes ist die Stabilität oder die

geringe Veränderung in einem Verbindungswiderstand mit einer Zeit und einer Umgebung auch ein wichtiger Aspekt. Ein Verbindungssystem, das Verbindungen mit einem bekannten Widerstand, der stabil über die Zeit und in verschiedenen Umgebungsbedingungen ist, bereitstellt, ist wünschenswert, weil ein Verbindungssystem, das nicht die erforderliche Stabilität bereitstellt, unbrauchbar für viele Anwendungen wäre. Im Zusammenhang mit einem lötfreien Verbindungssystem das einen elektrisch leitenden Kleber anwendet, wird jede Verbindung, die im Durchschnitt weniger als ungefähr 20 bis 25% und vorzugsweise weniger als ungefähr 15% Veränderung in einem Verbindungswiderstand aufweist, nachdem sie 1000 Stunden einer 90%igen relativen Feuchtigkeit (R. H.) bei 60°C ausgesetzt worden ist, im allgemeinen als akzeptabel angesehen. Die Ausdrücke "feuchtigkeitsbeständiger Kleber" und "feuchtigkeitsbeständiger elektrischer Kontakt", wie sie hier benutzt werden, beziehen sich auf einen leitenden Kleber, der Verbindungen mit stabilem Verbindungswiderstand bereitstellt, der im Durchschnitt nicht mehr als ungefähr 25% unter den Testbedingungen wie oben beschrieben, verändert, d. h. nach ungefähr 1000 Stunden Aussetzung in 90% R. H., bei 60°C.

Ein Faktor, der sich auf die elektrische Leitfähigkeit einer Verbindungs-Schnittstelle auswirkt, ist die Anwesenheit oder Abwesenheit von nicht-leitenden oder widerstandsfähigen Oberflächenoxiden, die sich bilden als Konsequenz der Aussetzung der zu verbindenden Oberflächen in die Umgebungs-Luft und -Feuchtigkeit. In Lötverbindungssystemen sind die Oxide zum größten Teil entfernt an der Schnittstellengrenze zwischen der mit Lötzinn versehenen Zuleitung und dem Lötzinn selbst, durch Fließmittel, die mit ihnen reagieren und effektiv Dioxide entfernen, und die auch dazu dienen, die Verbindungsschnittstelle von der Umgebungs-Atmosphäre und Feuchtigkeit abzuhalten, wenn sich das Lötmedium abkühlt. In leitenden Kleber-Verbindungssystemen sind Fließmittel während des Härtungs- bzw. Vernetzungsprozesses nicht anwesend und deshalb ist es wünschenswert, daß der Kleber Mittel enthält, um den ungünstigen Effekt von Oberflächenoxiden zu reduzieren ohne die Notwendigkeit zu haben, die zu verbindenden Oberflächen, z. B. verbleite elektrische Komponentenzuleitungen mit aggressiven Reinigungsagenzien oder anderen Behandlungen, vor Ausführung der Verbindung zu behandeln.

Während der anfängliche Bahn-Widerstand von bekannten leitenden Klebern auf Silberbasis ausreichend ist, sind solche Kleber anfällig für Vergrößerungen ihres Widerstands an der Schnittstellengrenze mit einer mit Lötzinn versehenen Zuleitung aufgrund von nicht-leitenden Blei/Zinnoxiden. Also kann der Widerstand entlang einer Bindung zwischen einem leitenden Kleber und einer mit Lötzinn versehenen Zuleitung sich erheblich über einen Zeitraum, besonders bei Aussetzung in hoher Feuchtigkeit, verändern. Der Widerstand von solchen Verbindungen ist besonders empfindlich für fortgesetzte Aussetzung in Kombinationen von hoher Feuchtigkeit und hoher Temperatur. Da die oben beschriebenen Einzel- oder Doppelkomponenten Polymer-Träger, die in gewöhnlichen leitenden Klebern benutzt werden, von Natur aus permeabel für Feuchtigkeit sind, sind die Verbindungen, die mit diesen Klebern gemacht werden, in gewissem Maße Gegenstand der ungünstigen Effekte der Feuchtigkeit. Während ein Schaltkreis entworfen werden kann, um dem kumulativen Verbindungswiderstand Rechnung zu tragen, haben

Veränderungen in diesem Widerstand mit der Zeit einen nachteiligen Effekt auf die gesamtelektrische Leistungsfähigkeit des Schaltkreises. Es wird geglaubt, daß die Feuchtigkeit, die den Träger durchdringt, in einer Verbindung, die mit leitendem Kleber gebildet worden ist, Metalle an der Schnittstellengrenze zwischen dem leitenden Kleber und der Komponentenzuleitung oxidiert, und die resultierenden nicht-leitenden Oxide neigen dazu den Widerstand zu vergrößern.

Leitende Kleberzusammensetzungen, bekannt aus dem Stand der Technik, sind typischerweise aus polymeren Trägern gefüllt mit leitenden Partikeln zusammengesetzt. Z. B. US-Patent Nr. 48 00 570 beschreibt eine Mischung von auf Epoxidharzen basierendem Klebstoff, Katalysator und leitenden Partikeln, geformt um sterische Beeinflussung zu verringern und Leitfähigkeit bereitzustellen; US-Patent Nr. 48 59 364 beschreibt eine Mischung von organischen Medium, gefüllt mit leitenden Partikeln von 0,3 bis 1,0 Mikrometer und leitenden metallbeschichteten Partikeln von nicht mehr als 1 Mikrometer; US-Patent Nr. 48 59 268 beschreibt eine Mischung von photosensitivem Epoxidharzpolymer, Weichmachern und sphärischen elektrisch leitenden Partikeln; US-Patent Nr. 48 14 040 beschreibt eine adhäsive Schicht mit leitenden Partikeln in der Größe, um eine Widerstandsschicht zu durchdringen und Eintreten in ein metallisches Muster durch einen thermischen Kompressionsprozeß; US-Patent Nr. 47 32 702 beschreibt eine Mischung von Harz, gefüllt mit elektrokonduktivem Metallpulver oder einem anorganischen Isolierungspulver, beschichtet mit einem elektrokonduktiven Film; US-Patent Nr. 47 16 081 beschreibt eine Mischung von Plastik, Kautschuk oder Harz, gefüllt mit Metallpartikeln, auf deren Oberfläche Silber ist; US-Patent Nr. 47 01 279 beschreibt eine Mischung von thermoplastischem Elastomer, gefüllt mit Metallpartikeln; US-Patent Nr. 46 96 764 beschreibt eine Mischung von Harz, gefüllt mit sowohl Schleif- als auch feinen leitenden Partikeln; US-Patent Nr. 46 24 801 beschreibt eine Mischung von einem Polymer auf Polyester-Urethan-Basis, gemischt mit einem blockierten Isocyanat und gefüllt mit leitenden Partikeln; US-Patent Nr. 47 47 968 beschreibt eine Mischung von Epoxidharz, Härter und metallischen Silberpartikeln; US-Patent Nr. 45 64 563 beschreibt eine Mischung von Acryl, carboxyliertem Vinyl und Epoxidharzpolymer, gefüllt mit metallischen Silberpartikeln; und US-Patent Nr. 45 66 990 beschreibt eine Mischung von thermoplastischem Kondensationspolymer, gefüllt sowohl mit Metallflocken als auch mit leitendem Metall oder metallbeschichteten Fasern.

Im allgemeinen bringen leitende Kleber auf der Basis von mit Silber gefüllten Polymersystemen gute Leistung über einen vernünftig großen Temperaturbereich, aber sie neigen nicht dazu, gute Leistungen an der Schnittstellengrenze zwischen dem Kleber und den elektrischen Zuleitungen unter hohen Feuchtigkeitsbedingungen zu liefern. Wenn sie unter hohen Feuchtigkeitsbedingungen gealtert sind, ist der Widerstand entlang der Schnittstellengrenze gewöhnlich instabil, d. h. er wächst signifikant. Während viele Schaltkreise ausreichend gut mit solchen Vergrößerungen in dem Widerstand von einem oder mehreren ihrer Verbindungen arbeiten, stellt die Feuchtigkeits-Empfindlichkeit einen Faktor dar, der den weiter verbreiteten Gebrauch von leitenden Klebern ist sowohl festen als auch flexiblen Substratanwendungen limitiert.

Wegen des Vorhergehenden ist es eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, einen leitenden Kleber mit ver-

besserten Leistungscharakteristiken zu schaffen, insbesondere unter hohen Feuchtigkeits- und/oder Temperaturbedingungen, und, wenn er benutzt wird, um eine hohe Pin-Zahl, auf der Oberfläche angebrachte Einrichtungen und andere elektronische Komponenten, die eine gewöhnliche Metalloberfläche, wie z. B. eine Lötplatte und eine Zinnplatte, benutzen, mit einem Substrat zu verbinden.

Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist das Bereitstellen eines feuchtigkeitsbeständigen leitenden Klebers, in dem die volumetrische Schrumpfung des Trägers beiträgt zur Bildung einer elektrischen Verbindung durch Verbesserung der Partikel-Partikel-Leitung und Einführen eines gasdichten Oberflächenkontaktes zwischen den Füllerpartikeln und den zu verbindenden Oberflächen.

Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines elektrisch leitenden Klebers mit leitenden Partikeln, dispergiert in einem Träger, und mit Oberflächencharakteristiken und von der Größe, daß sie helfen, einen gasdichten Oberflächenkontakt zwischen den Füllerpartikeln und den zu verbindenden Oberflächen einzuführen, aufgrund der volumetrischen Schrumpfung des Trägers bei der Härtung bzw. Vernetzung.

Die vorliegende Erfindung stellt einen elektrisch leitenden Kleber zum Haften und Einführen eines elektrischen Kontaktes zwischen haftenden Oberflächen bereit, der eine Mischung aus einem Füllstoff, dispergiert in einem adhäsiven Träger, beinhaltet, welcher bei der Vernetzung schrumpft, wobei der Träger in einer Menge bereitgestellt wird die wirksam ist, diese Mischung an das Substrat zu heften und wobei der Füllstoff elektrisch leitende Partikel in einer Menge und mit einer Morphologie beinhaltet, wirksam, um einen feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Kontakt bei der Vernetzung des Trägers bereitzustellen.

Die vorliegende Erfindung stellt auch ein Verfahren zum Herstellen feuchtigkeitsbeständiger elektrischer Verbindungen bereit, das aufweist, die Schritte zum Auftragen einer Mischung von adhäsivem Träger, der bei der Vernetzung schrumpft, auf eine Oberfläche und einen Füllstoff, elektrisch leitende Partikel in einer Menge und mit einer Morphologie beinhaltend, die wirksam ist, um einen feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Kontakt mit dem Substrat bereitzustellen.

Die vorliegende Erfindung stellt einen elektrisch leitenden Kleber bereit, der einen vernetzbaren polymeren Trägerstoff beinhaltet, der volumetrisch schrumpft, zwischen seinem aufgetragenen unvernetzten Zustand und seinem vernetzten Zustand in einer Menge, die größer als ungefähr 6,8% ist und vorzugsweise zwischen dem Bereich von ungefähr 7,5% und 65% liegt; und einen Füllstoff, der leitende Partikel beinhaltet, wirksam, um einen feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Kontakt bei der Vernetzung des Trägers bereitzustellen.

Da nicht gewünscht wird an eine spezielle Erfindungstheorie oder Musterhandlung gebunden zu sein, wird angenommen, daß die Verwendung eines Trägers oder Bindemittels mit einer volumetrischen Schrumpfungseigenschaft zwischen dem unvernetzten und dem vernetzten Zustand größer als ungefähr 6,8% ist, ein Maß einer Verdichtung zu Füllstoffpartikeln zu bewirken scheint, die darin dispergiert sind, und bereitgestellt sind in einer geeigneten Menge und mit geeigneter Morphologie, um sowohl zu verursachen, daß die Partikel miteinander in einen verbesserten elektrischen Kon-

takt gezwungen werden, und um eine gasdichte Verdichtung mit den zu verbindenden Oberflächen zu bilden. Es wird angenommen, daß die Schrumpfung des Trägers während der Vernetzung die inneren Partikel mit genügender Kraft unter Druck setzt, um die Partikel miteinander in Kontakt zu zwingen, wie auch, um Partikel an der Schnittstelle zwischen dem Kleber und der zu verbindenden Oberfläche zu verursachen und Kontaminanten und nicht-leitende Oxide, die an der Oberfläche sein können, zu durchdringen. Die Partikel werden in einer Menge relativ zu dem Träger bereitgestellt, und haben eine morphologische Oberflächencharakteristik und Körpergröße, welche, wenn sie den zusammenpressenden Kräften ausgesetzt werden, die durch die volumetrische Schrumpfung des Trägers bei der Vernetzung bewirkt wird, ist wirksam, um eine gasdichte Verbindung mit der Oberfläche zu produzieren. Eine gasdichte Verbindung mit einer Zuleitungs-Oberfläche scheint verwirklicht zu werden, wenn eine Verbindung an der Schnittstellengrenze mechanisch auseinandergezogen wird, um leitende Partikel zu zeigen, die aus der vernetzten Kleberoberfläche vorspringen. Es wird angenommen, daß ein feuchtigkeitsbeständiger elektrischer Kontakt das Ergebnis von gasdichter Abdichtung ist, die durch das Pressen der vorspringenden Partikel gegen die Zuleitungs-Oberfläche gebildet wird.

Der Träger, der in den Klebern dieser Erfindung eingesetzt wird, kann ein Material sein, das mit leitenden Partikeln gefüllt werden kann und genügend schrumpft, während der Vernetzung, wobei genügend kohäsive und adhäsive Kräfte bereitgestellt werden, um eine mechanisch sichere Verbindung zu machen. Der Träger kann ein auf Lösungsmittel basierendes polymeres System beinhalten oder eine Mischung von zwei polymeren Trägern bilden, wobei einer eine hohe volumetrische Schrumpfungseigenschaft hat und der andere eine geringe volumetrische Schrumpfungseigenschaft hat, so daß die Gewichtsprozente der beiden Komponenten in der Mischung so variiert werden können, daß eine volumetrische Schrumpfungseigenschaft der Mischung in einem wirksamen Bereich bereitgestellt wird.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung sind die leitenden Füllstoffpartikel Agglomerate mit einem Durchmesser in einem 10,6 Mikrometer bis ungefähr 2,00 Mikrometer Verteilungsbereich (mit einer mittleren Größe von ungefähr 4,5 Mikrometer) und mit einer unebenen äußeren Erscheinungsform, gekennzeichnet durch zahlreiche rillenartige, gebirgige Grenzen oder Vorsprünge und einem Längen-, Breiten- und Tiefen-Seitenverhältnis von ungefähr 1:1:1. Es wird angenommen, daß die Oberflächenunebenheitscharakteristik von solchen Agglomeraten zur Bildung von feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Kontakten und Eindringen von oberflächenoxiden oder Kontaminanten auf der Zuleitungs-Oberfläche, wenn der Kleber während der Vernetzung volumetrischer Kontraktionen unterliegt, beiträgt. Agglomerate sind geeignete Elektronenträger, weil ihre äußere Oberflächencharakteristik an der Bildung feuchtigkeitsbeständiger elektrischer Kontakte teilhaben kann, zwischen, z. B. Partikeln, den leitenden Zuleitungen einer elektrischen Komponente und einer Anschlußleiste auf einem Substrat. In alternativen Ausführungsformen kann der feuchtigkeitsbeständige elektrische Kontakt hergestellt werden mit anderen Partikeln, "in Oberflächen eindringende Partikel" zum Zweck dieser Anwendung enthaltend feste und metallbeschichtete Partikel, die Merkmale haben, ähnlich den oben beschriebenen Agglomeraten, einschließlich

der Größen und unebenen Oberflächenmerkmale.

In einer bevorzugten Ausführungsform beinhaltet der Träger eine Mischung von zwei Epoxidharzen und einigen nichtreaktiven Verdünnern, mit einem Anteil von jeder Komponente, eingestellt, um eine volumetrische Schrumpfung zwischen dem unvernetzten und vernetzten Träger größer als ungefähr 6,8%, vorzugsweise ungefähr 7,5 bis 65%, bereitzustellen.

Falls gewünscht, kann ein Netzmittel bereitgestellt werden, in einer Menge, die wirksam ist, um das Netzvermögen der unvernetzten Epoxidharzmischung während seiner Anwendung zu vergrößern (typischerweise weniger als 2–5 Gewichtsprozent des Trägers).

In einer bevorzugten Ausführungsform ist der leitende Partikelfüllstoff eine Zumischung von Silberflocken, Silberpulver und Silberagglomeraten. Die Agglomerate sind unregelmäßig geformte Partikel mit zahlreichen Oberflächeneinkerbungen und Rillen, die viele uneben-gezackte Vorsprünge oder Furchen erzeugen, und ein Partikellängen-, breiten- und -dicken-Seitenverhältnis von ungefähr 1 : 1 : 1 haben. Silber und silberbeschichtete Partikel sind bevorzugt, weil Silberoxide leitend, sind im Gegensatz zu den isolierenden Oxiden anderer Materialien; Gold, Palladium und andere Edelmetalle zeichnen sich auch unter diesen Bedingungen aus, aber stellen einen extremen Preisnachteil dar. Nickel hat genügend Stabilität unter hohen Temperatur- und Feuchtigkeitsbedingungen gezeigt, aber weist einen höheren Anfangswiderstand auf. In wirksamen Mengen scheinen die Agglomerate nicht-leitende Oxide auf zu verbindenden Oberflächen, wie mit Blei/Zinn beschichtete Zuleitungen, zu durchdringen, wenn geklebte Verbindungen hergestellt werden. Im allgemeinen sind ungefähr 60 bis 90 Gewichtsprozent, vorzugsweise ungefähr 75 Gewichtsprozent, der Epoxidharzmischung/leitenden Füllstoffpartikelkombination Füllstoffpartikel.

Die oberen und anderen Aufgaben und der weitere Umfang der Anwendbarkeit der vorliegenden Erfindung wird klar von der folgenden detaillierten Beschreibung in Verbindung mit den begleitenden Zeichnungen.

Fig. 1 (Stand der Technik) ist eine Tabelle, die das Anwachsen des Verbindungswiderstandes mit der Aussetzung in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung des Standes der Technik zeigt;

Fig. 2 ist ein Photomikrograph eines Silberagglomerates, das in der Formulierung von Beispiel II benutzt wird, bei 5000facher Vergrößerung und es zeigt die vielen unebenen Oberflächenmerkmale;

Fig. 3A ist eine Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung, zubereitet gemäß Beispiel II der vorliegenden Erfindung, zeigt, in welchem die elektrischen Zuleitungen vor Ausführen der Verbindung mit Aceton gereinigt wurden;

Fig. 3B ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen der Formulierung aus Beispiel II der vorliegenden Erfindung zeigt, in welchem die elektrischen Zuleitungen vor Ausführen der Verbindung mit einer anorganischen Säure gereinigt worden waren;

Fig. 4 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel III zeigt;

Fig. 5 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von

Beispiel IV zeigt;

Fig. 6 ist eine andere Tabelle, die den verbesserten Verbindungswiderstand nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel V zeigt;

Fig. 7 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel VI zeigt;

Fig. 8 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel VII zeigt;

Fig. 9 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel VIII zeigt;

Fig. 10 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel IX zeigt;

Fig. 11 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel X zeigt;

Fig. 12 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel XI zeigt;

Fig. 13 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel XII zeigt; und

Fig. 14 ist eine andere Tabelle, die die Stabilität des Verbindungswiderstandes nach Aussetzen in 90% relative Feuchtigkeitsbedingungen einer Formulierung von Beispiel XIII zeigt.

Eine Anzahl von Faktoren müssen beachtet werden, bei der Entwicklung eines leitenden Klebers mit verbesserten Leistungsmerkmalen unter ungünstigen Betriebsbedingungen; besonders unter hohen Feuchtigkeits- und Temperaturbedingungen. Weil alle polymere Träger bis zu einem gewissen Maß feuchtigkeitsdurchlässig sind, muß der leitende Partikelfüllstoff solchermaßen sein, daß die Bildung von nichtleitenden Oxidationsprodukten minimal ist, bei fortschreitender Aussetzung in Feuchtigkeit. Zusätzlich sollte der Trägerstoff Merkmale haben, die die elektrische Leitung an den Schnittstellengrenzen zwischen dem Kleber und der Oberfläche einer elektrischen Zuleitung verbessern, ebenso wie die Leitung zwischen den leitenden Partikeln des Füllstoffs; es folgt, daß ein Silberpartikel oder ein silberbeschichteter Partikelfüllstoff bevorzugt ist, obwohl andere Edelmetalle und Mittel ebenso geeignet sind.

Die verschiedenen Formulierungen gemäß der folgenden Erfindung zeigten unten benutzte Füllstoffe, welche Silberagglomerate, Partikel, Flocken und Pulver ebenso wie silberbeschichtete Partikel sind. Die Agglomerate sind gekennzeichnet durch eine unregelmäßige Körperform und eine Oberfläche mit vielen Rillen, die vorstehende Vorsprünge oder Furchen an den Grenzen zwischen den Rillen bestimmen. Diese Agglomerate sind vorzugsweise dadurch gekennzeichnet, daß sie ein Längen-, Breiten- und Dicken-Seitenverhältnis, von ungefähr 1 : 1 : 1 haben und als Konsequenz glaubt man, daß sie als Kraftvektoren funktionieren, die eine gasabdichte Abdichtung und Pierceoxide bilden, die an der

Verbindungsgrenzfläche anwesend sind, um einen stabilen elektrischen Kontakt aufrecht zu erhalten, sogar wenn sie erhöhten Temperaturen und Feuchtigkeit ausgesetzt sind. Die verwendeten beschichteten Partikel sind in der Form von nichtleitenden anorganischen, mit Silber beschichteten Sphäroiden ebenso silberbeschichteten Nicht-Edelmetallen wie Nickel. Man glaubt, daß die Agglomerate und die beschichteten Partikel einen primären Elektronenleitungsweg in dem vernetzten Träger bilden durch direkten Oberflächen-Oberflächen-Zwischenpartikel-Kontakt und, daß sie bei der Berührung und Durchdringung der Oberfläche der zu verbindenden elektrischen Zuleitungsoberfläche teilnehmen, als Antwort auf die Verdichtung, die sich aus der volumetrischen Schrumpfung des polymeren Trägerstoffs ergibt. Die kleineren Silberpartikel, hier gekennzeichnet als Pulver, helfen einen interstitiellen Leitungsweg zwischen den größeren Partikeln bereitzustellen. Die kleineren Pulverpartikel, wie im Fall von den größeren Agglomeraten oder Partikeln, können einzeln oder in Gruppen funktionieren, um Oxide oder Oberflächenkontaminaten zu durchdringen, die an der Schnittstellenoberfläche zwischen dem Kleber und der Komponentenzuleitung bei der Verbindung anwesend sind, als Antwort auf die internen Kräfte, die durch die volumetrische Schrumpfung des Trägers verursacht werden.

Während die Agglomerate und Pulverpartikel mit der beschriebenen Morphologie in wirksamen Mengen und kombiniert mit den beschriebenen Füllstoffen einen feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Kontakt bereitstellen, wurden flockenförmige oder plättchenförmige leitende Partikel auch für brauchbar befunden. Flockenförmige Partikel sind definiert als suspendierte Partikel bzw. als aus Partikeln aufgebaute Verbindungen mit einer Dicke-Dimension, welche wesentlich (d. h. eine Ordnung oder Größe) kleiner als seine Länge oder Breite ist. In wirksamen Mengen neigen die flockenartigen Partikel, bevorzugt zu überlappen, oder legen sich übereinander in einer ausgerichteten Beziehung, was die Leitfähigkeit des Systems verbessert.

Der Trägerstoff besitzt eine volumetrisch schrumpfungsscharakteristische Größe von ungefähr 6,8%, um eine interne Verdichtung der leitenden Partikelfüllstoffe zu sichern. Zusätzliche Merkmale des Trägerstoffs können beinhalten gute Haftung, weil viele leitende Kleber bei Siebdruck-, Schablonen- und ähnlichen Techniken angewendet werden, sollen die unvernnetzten polymeren Trägerstoffe eine Viskosität haben, die einen endgültigen leitenden Kleber bereitstellt, der für die Anwendung in solchen Prozessen geeignet ist. Die rheologischen Eigenschaften des Trägerstoffs sollten wirksam sein für die Schablonierung, Siebdruck oder pneumatische Sedimentationsprozesse, die gewöhnlich für die Anwendung leitender Kleber benutzt werden. Geeignete Viskositäten können im Bereich von 50 000 bis 25 000 cps liegen.

Die folgenden Beispiele sind repräsentative Formulierungen für leitende Kleber, die einen feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Kontakt bereitstellen.

Lineare Schrumpfungswerte wurden bestimmt durch Auftragen einer Linie des unvernetzten Klebstoffs auf eine flache Oberfläche, Vernetzung des Klebstoffs und Bestimmung der Schrumpfung als eine Funktion der unvernetzten und vernetzten Linienlängen. Volumetrische Schrumpfungsscharakteristiken zwischen dem unvernetzten und vernetzten Kleber wurden bestimmt durch das folgende Protokoll:

Die Dichte ρ_u der unvernetzten (Träger) Epoxidharz-

lösung wurde bestimmt bei Raumtemperatur durch Bestimmung des Gewichts W eines epoxidharzgefüllten Containers eines bekannten Volumens V und dem bekannten Leergewicht w wie folgt:

$$\rho_u = (W-w)/V \quad (\text{Gl. 1})$$

Die Dichte ρ_c des vernetzten Epoxidharzes wurde bestimmt gemäß des archimedischen Prinzips (ASTM C693) bei Raumtemperatur unter Benutzung eines METTLER Dichtebestimmungsskits E-210 250 und einer OHAUS Präzisionswaage 160D. Das Trockengewicht A der vernetzten Epoxidharzprobe in Luft wurde bestimmt und sein Gewicht P in einer Flüssigkeit von bekannter Dichte ρ_1 wurde bestimmt und die Dichte ρ_c des vernetzten Epoxidharzes wurde bestimmt wie folgt:

$$\rho_c = (A/P)\rho_1 \quad (\text{Gl. 2})$$

Die volumetrische Schrumpfung V_s des unvernetzten und vernetzten Epoxidharzes wurde bestimmt durch Bestimmung des Volumens des unvernetzten und vernetzten Epoxidharzes durch Benutzung der Dichtewerte ρ_u und ρ_c , die oben erhalten wurden. Das Volumen des unvernetzten Epoxidharzes V_u wurde bestimmt durch Messen des Gewichts W bei einer Probe des unvernetzten Epoxidharzes und Bestimmung seines Volumens wie folgt:

$$V_u = W/\rho_u \quad (\text{Gl. 3})$$

Das Epoxidharz ist dann vernetzt worden gemäß dem unten gezeigten Vernetzungszeitplan und das Gewicht W_c der nun vernetzten Probe wurde bestimmt. Das Volumen des vernetzten Epoxidharzes V_c wurde bestimmt wie folgt:

$$V_c = W_c/\rho_c \quad (\text{Gl. 4})$$

Die volumetrische Schrumpfung V_s in Prozent wurde dann bestimmt wie folgt:

$$V_s = [(V_u - V_c)/V_u](100) \quad (\text{Gl. 5})$$

Beispiel I

Als ein repräsentatives Beispiel für den Wechsel in dem Verbindungswiderstand unter 90% relativen Feuchtigkeitsbedingungen wurde ein leitender Kleber gefertigt durch Emerson & Cuming in Lexington, MA und verkauft unter AMICON™ CSM-933-65-1, um eine 68-pin auf Oberflächen angebrachte Einrichtung (SMD), zwei 44-pin SMD und eine Reihenschaltung von 10 Widerständen in einem Testschaltkreis zu verbinden und Unterwerfen einer Vernetzung bei 140°C für eine Zeit von 10 Minuten in Einklang mit den Anweisungen des Herstellers. Die pins bzw. Anschlüsse von verschiedenen SMDs wurden serienverbunden über Widerstandselemente innerhalb der SMDs und der Gesamt-Verbindungswiderstand bestimmt durch das Abziehen des kumulativen Serienwiderstandes der Komponenten innerhalb der Einrichtung von dem gesamten gemessenen Widerstand. In ähnlicher Weise wurde die Widerstandsmessung der Widerstandsfolge bewirkt durch Abziehen der kumulativen Werte der Widerstände, die die Folge von der gesamten Widerstandsreihe beinhaltete, um bei einem kumulativen Verbindungswiderstandswert anzukommen. Der Widerstand der Elemente innerhalb der

Einrichtung der SMDs ebenso wie der Widerstände innerhalb der Widerstandsfolge war stabil innerhalb des Temperatur- und des Feuchtigkeitsbereichs des Tests, wie durch Kontroll-Schaltkreise nachgeprüft wurde. Der Anfangs-Verbindungs-widerstand in Ohm wurde gemessen bei Raumtemperatur und bei Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 1 gezeigt. Der Widerstand wurde nochmals gemessen nach 15,5, 24, 39 und 63 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitsbedingungen. Wie in Fig. 1 gezeigt ist, stieg der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen mit der Zeit bei 90% relativer Feuchtigkeit an mit einem extrapolierten Wert für 1000 Stunden, was ein erhebliches Anwachsen für die 68-pin-Einrichtung und die zwei 44-pin-Einrichtungen anzeigt und weniger eines Anwachsens für die Widerstandsfolge.

Wie von den Überlegungen der Daten aus Fig. 1 geschätzt werden kann, macht eine bekannte leitende Klebverbindung ein erhebliches Anwachsen des Widerstands über die Zeit erhöhter relativer Feuchtigkeit durch.

Beispiel II

Ein leitender Kleber wird zubereitet unter Benutzung eines leitenden Füllstoffs mit drei Typen von Silberpartikeln A, B und C. Die aus Partikeln bestehende Verbindung A ist eine Silberflocke mit einer Fisher-Sub-Sieb-Größe (FSSS) im Bereich von 0,90–1,30 Mikrometer, eine Klopfdichte (durch ein Tap-Pak-Volumeter) von 3,0 bis 3,5 g/cc, eine Scott-Füll-dichte von 30–35 g/in³, eine Oberfläche von 0,3 bis 0,6 m²/g und einer Größenverteilung von 90% < 14,00 Mikrometer, 50% < 7,00 Mikrometer und 10% < 2,0 Mikrometer. Die hier gezeigten Größen-Verteilungsdaten wurden bestimmt mit einem Leeds and Northrop Microtrac. Eine geeignete, aus Partikeln A bestehende Verbindung ist "Silver Flake #53", erhältlich von Electronic Materials Division der Metz Metallurgical Corporation, South Plainfield, NJ.

Die aus Partikeln bestehende Verbindung B ist ein Silberagglomerat mit einer Fisher-Sub-Sieb-Größe (FSSS) im Bereich von 0,6 Mikrometer, einer Klopfdichte (durch ein Tap-Pak-Volumeter) von 1,85 g/cc, einer Scott Füll-dichte von 16,7 g/in³, einer Oberfläche von 1,62 m²/g und einer Größenverteilung von 100% < 10,6 Mikrometer, 90% < 8,10 Mikrometer und 50% < 4,4 Mikrometer, und 10% < 1,4 Mikrometer mit einer mittleren Größe von 4,5 Mikrometer. Eine geeignete, aus Partikeln B bestehende Verbindung ist "Silver Powder SPS-100", erhältlich von Metz Metallurgical Corporation. Dieses Silberagglomerat, wie es in dem Photomikrograph von Fig. 2 gezeigt wird, hat viele unebene Oberflächenmerkmale.

Die aus Partikeln bestehende Verbindung C ist ein Silberpulver mit einer Fisher-Sub-Sieb-Größe (FSSS) im Bereich von 0,70 Mikrons, einer Klopfdichte (durch ein Tap-Pak-Volumeter) von 2,75 g/cc, einer Scott-Füll-dichte von 17,5 g/in³, einer Oberfläche von 1,84 m²/g und einer Größenverteilung von 100% < 5,27 Mikrometer, 90% < 3,16 Mikrometer und 50% < 1,25 Mikrometer, und 10% < 0,51 Mikrometer. Eine geeignete, aus Partikeln C bestehende Verbindung ist "Fine Silver Powder SED", erhältlich von Metz Metallurgical Corporation.

Die aus Partikeln A, B und C bestehenden Verbindungen werden gemischt in einem Gewichtsverhältnis von ungefähr 40%, 30% und 30%, um einen metallischen

Silberfüllstoff zu bilden, der zu einem Träger gemischt wird.

Der Träger beinhaltet eine Polymermischung von zwei Epoxidharzen, Epoxidharz A und Epoxidharz B. Epoxidharz A ist ein Bisphenol F Epoxidharz, wie "Ara-tronic 5046", ein Bisphenol F Diglycidylether, mit einer relativ geringen Viskosität von 1400 cps bei 25°C, erhältlich von Ciba-Geigy Corporation. Epoxidharz B ist ein flüssiger Phenol-Epoxy-Novolak-Harz, wie "Quatrex 2010", ein Phenol-Epoxy-Novolak-Harz mit einer relativ hohen Viskosität von 25 000 bis 45 000 cps bei 52°C, erhältlich von Dow Chemical Corporation, Midland, MI.

Die polymeren Träger können auch einen konventionellen Härter enthalten, wie ein Imidazol, z. B. N-(2-cyanoethyl)-2-ethyl-4-methylimidazol, erhältlich von Poly-Organix Corporation in Newburyport, MA, unter CURIMIDTM.CN.

Die polymeren Träger können auch einen Haftvermittler oder ein Netzmittel enthalten, um eine verbesserte Vernetzung des nichtvernetzten Materials bereitzustellen. Ein typischer Haftvermittler ist gamma-Glycidioxypropyltrimethoxysilan, erhältlich von Union Carbide Company unter "A-187". Ein anderer Zusatzstoff in dem polymeren Träger der vorliegenden Erfindung ist gamma-Butyrolacton, erhältlich von Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI, das als Verdünner zur Einstellung der Viskosität fungiert.

Eine leitende Kleberzusammensetzung mit der folgenden Formulierung wurde zubereitet:

| Komponente | Menge – Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|----------------|---|
| Epoxidharz A | 8,275 |
| Epoxidharz B | 8,275 |
| Härter | 3,973 |
| Verdünner | 1,985 |
| Haftvermittler | 0,993 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 23,5% |
| Partikel A | 30,600 |
| Partikel B | 22,950 |
| Partikel C | 22,950 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 76,5% |

Der 76,5%-Silbergehalt stellt einen bevorzugten Wert für die allgemeine Anwendungstechnik für die Anwendung durch Schablonen, Siebdruck, Tampodruck, Spritzen etc. dar. Unter 74% kann diese leitende Kleberzusammensetzung elektrische Instabilität mit Widerstandsvergrößerung um eine Größenordnung unter verschiedenen Testbedingungen vorweisen. Über 78% ist die leitende Kleberzusammensetzung zu viskos, um in Schablonen und Siebdruckanwendungen benutzt zu werden. Obwohl sie noch geeignet für die Anwendung in einer Spritze ist.

Bei dem oberen polymeren Träger wurde bestimmt, daß er eine volumetrische Schrumpfung von 17% hat. In einem ersten Experiment, wurden die elektrischen Zuleitungen mit Aceton gereinigt und die obige Formulierung wurde benutzt, um ein 60-pin SMD, ein 44-pin SMD und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von sechs Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 6) zu verbinden, wie beschrieben in Beispiel I.

Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und unter Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 3A gezeigt. Der Widerstand bzw. spezifische Widerstand wurde nochmals gemessen nach 17, 40, 112, 306, 618 und 1002 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit bei Testbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 3A gezeigt wird, variiert der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal nach 1002 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, nur ein Set von Verbindungen hatte ein Anwachsen des Widerstands über 11%.

In einem zweiten Versuch wurden die elektrischen Zuleitungen der oben beschriebenen Einrichtung zuerst mit einer anorganischen Säure gereinigt und die Verbindungen wurden mit einer Formulierung dieses Beispiels in einer Weise wie oben beschrieben gemacht. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und bei Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 3B gezeigt. Der Widerstand wurde dann gemessen nach 14,5, 117,5, 149, 297 und 969 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitsbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 3B gezeigt wird, variiert der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal nach 969 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, nur ein Set von Verbindungen hatte ein Anwachsen des Widerstandes über 12%.

Beispiel III

Ein leitender Kleber wurde hergestellt unter Verwendung eines leitenden Partikelfüllstoffs mit drei Typen von Silberpartikeln A, B und C. Die Partikel enthaltenen Verbindungen A, B und C sind solche wie oben in Beispiel III beschrieben und sind ähnlich gemischt in Gewichtsverhältnissen von 40%, 30% und 30%, um einen Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger beinhaltet ein einzelnes Epoxidharz. Das Epoxidharz ist ein flüssiges Bisphenol A Epoxidharz wie "Quantex 1010", mit einer Viskosität von 11 000 bis 14 000 cps bei 25°C, erhältlich von Dow Chemical Corporation.

Der polymere Träger kann auch einen Härter (N-(2-cyanoethyl)-2-ethyl-4-methylimidazol), gamma-Glycidoxypropyltrimethoxysilan und einen Verdünner gamma-Butyrolacton enthalten.

Ein leitender Kleber wurde mit der folgenden Formulierung hergestellt:

| Komponente | Menge — Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|----------------|---|
| Epoxidharz A | 16,55 |
| Härter | 3,97 |
| Haftvermittler | 0,99 |
| Verdünner | 1,99 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 23,50% |
| Partikel A | 30,600 |
| Partikel B | 22,950 |
| Partikel C | 22,950 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 76,5% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfung von 13% hat und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung von Widerständen in jedem von zwei Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 2) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und unter Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 4 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 15, 65 und 141 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitsfestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 4 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal nach 141 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, zwei (2) Sets von Verbindungen hatten ein Anwachsen des Widerstandes über 2%.

Beispiel IV

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung von leitenden Füllstoffen von zwei Typen von Silberpartikeln A und C, die identisch mit den Partikeln A und C wie in Beispiel II sind.

Die Partikel A und C werden wunschgemäß gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 40% und 60%, um einen Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger beinhaltet eine Mischung von zwei Epoxidharzen, Epoxidharz A und Epoxidharz B. Epoxidharz A ist ein Bisphenol F Epoxidharz wie "Aratronic 5046". Epoxidharz B ist ein flüssiger Phenol-Epoxy-Novolak-Harz, wie "Quatrex 2010".

Die polymeren Träger können auch ein Härter (N-(2-cyanoethyl)-2-ethyl-4-methylimidazol), einen Haftvermittler (gamma-Glycidoxypropyltrimethoxysilan) und einen Verdünner (gamma-Butyrolacton) enthalten.

Ein leitender Kleber wurde mit der folgenden Formulierung hergestellt:

| Komponente | Menge — Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|----------------|---|
| Epoxidharz A | 8,21 |
| Epoxidharz B | 8,21 |
| Härter | 3,94 |
| Verdünner | 0,66 |
| Haftvermittler | 0,99 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 22,0% |
| Partikel A | 31,20 |
| Partikel C | 46,80 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 78,0% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfung von 10% hat und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von sechs Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 6) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und bei Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 5 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 62, 136, 1073 und 1598 Stunden.

den Aussetzen bei 60°C und 90% relativer Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 5 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal nach 1598 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, nur ein Set von Verbindungen hatten ein Anwachsen des Widerstandes über 19%.

Beispiel V

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung eines leitenden Füllstoffs aus drei Typen von Silberpartikeln A und C, die identisch mit den Partikeln A, B und C, wie in Beispiel II beschrieben sind.

Die Partikel A, B und C werden wunschgemäß gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 40%, 30% und 30%, um einen Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger beinhaltet eine einzelne Epoxidharz-Lösungsmittelkombination. Das Epoxidharz ist ein Bisphenol A Epoxidharz wie "EPONOL (R) 53-BH-35", ein Epoxidharz mit hohem Molekulargewicht, erhältlich von der Shell Chemical Company, Houston, TX. In der Form, wie es vom Hersteller bereitgestellt wird, stellt das Epoxidharz ungefähr 35% des wie -zugeführten Materials mit einem Rest, der ein Lösungsmittel von ungefähr 75% Methylethylketon (MEK) und 25% Propylenglycolmethylether (PGME) enthält, dar. Vor dem Einsatz beim Formulieren des leitenden Klebers von Beispiel V werden das MEK und das PGME entfernt und ersetzt durch 2-Butoxyethylacetat, erhältlich z. B. von Aldrich Chemical Company.

Eine leitende Kleberzusammensetzung wurde gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellt und hat die folgende Formulierung:

| Komponente | Menge — Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|---------------|---|
| Epoxidharz | 12,921 |
| Lösungsmittel | 23,996 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 36,917 |
| Partikel A | 25,233 |
| Partikel B | 18,925 |
| Partikel C | 18,925 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 63,083% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfung von 65% hat und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von sechs Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 6) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und unter Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 6 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 6, 13, 349 und 1530 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitsbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 6 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal nach 1530 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, nur ein Set von Verbindungen hatte ein Anwachsen des Widerstandes von über 10%.

Beispiel VI

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung eines leitenden Partikelfüllstoffs von drei Typen von Silberpartikeln A, B und C, die identisch mit den Partikeln A, B und C, die oben für Beispiel II beschrieben sind, sind. Die Partikel A und C werden wunschgemäß gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 40%, 30% und 30%, um einen Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger beinhaltet eine einzelne Epoxidharz-Lösungsmittelkombination. Das Epoxid-Novolak-Epoxidharz, wie "Quatrex 2010", ein Phenol-Epoxy-Novolak-Harz mit einer relativ hohen Viskosität von 25 000 bis 45 000 cps bei 52°C, erhältlich von Dow Chemical Corporation. Das Lösungsmittel 2-(2-Ethoxyethoxy)-Ethylacetat ist erhältlich unter dem Handelsnamen "Carbitol"-Acetat von Eastman Kodak Co., Rochester, NY, und ist auch bekannt als Dethylenglycolmonoethyltheracetat. Der polymere Träger kann auch einen Härter (N-(2-cyanoethyl)-2-ethyl-4-methylimidazol) und einen Haftvermittler (gamma-Glycidoxypolytrimethoxysilan) enthalten.

Ein leitender Kleber wurde mit einer folgenden Formulierung hergestellt:

| Komponente | Menge — Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|----------------|---|
| Epoxidharz | 14,79 |
| Lösungsmittel | 6,34 |
| Härter | 1,18 |
| Haftvermittler | 0,89 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 23,20% |
| Partikel A | 30,72 |
| Partikel B | 23,04 |
| Partikel C | 23,04 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 76,80% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfung von 25% hat und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von sechs Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 6) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und unter Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 7 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 14, 62 und 1025 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 7 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal nach 1025 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit.

Beispiel VII

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung von leitenden Füllstoffen von drei Typen von Silberpartikeln A, B und C, die identisch mit den Partikeln A, B und C sind, wie oben für Beispiel II beschrieben.

Die Partikel A, B und C werden wunschgemäß gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 40%, 30% und

30%, um den metallischen Silber-Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger beinhaltet eine Mischung von zwei Epoxidharzen, Epoxidharz A und Epoxidharz B. Epoxidharz A ist ein Bisphenol A Epoxidharz wie das oben beschriebene Epoxidharz "Eponol 53" und Epoxidharz B ist ein flüssiges Phenol-Epoxy-Novolak-Harz, wie das oben beschriebene "Quatrex 1010".

Die polymeren Träger können auch Härter I und II enthalten. Härter I ist Polyoxypropylendiamin, erhältlich unter Jeffamine D-230 von der Texaco Chemical Company und Härter II ist ein Triethylglycoldiamin, erhältlich unter Jeffamin EDR 148, auch von der Texaco Chemical Company erhältlich. Der polymere Träger kann auch einen Beschleuniger enthalten, um die Vernetzung zu fördern. Ein geeigneter Beschleuniger, wie eine Mischung von aliphatischen Aminen, ist erhältlich von der Texaco Chemical Company unter "399". Der polymere Träger kann auch einen Adhäsionsbeschleuniger enthalten wie ein Glycerylpoly(oxypropylen)triamin, erhältlich unter Jeffamin T-5000 von der Texaco Chemical Company.

Eine leitende Kleberzusammensetzung wurde mit der folgenden Formulierung hergestellt:

| Komponente | Menge — Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|------------------------|---|
| Epoxidharz A | 13,50 |
| Epoxidharz B | 8,94 |
| Härter I | 2,59 |
| Härter II | 0,36 |
| Beschleuniger | 0,27 |
| Adhäsionsbeschleuniger | 1,34 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 27,0% |
| Partikel A | 29,20 |
| Partikel B | 21,90 |
| Partikel C | 21,90 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 73,00% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfung von 19% hat und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von sechs Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 6) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und unter Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 8 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 15, 191 und 981 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 8 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen nach 1598 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, nur ein Set von Verbindungen hatte ein Anwachsen des Widerstandes über 8%.

Beispiel VIII

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung eines leitenden Partikelfüllstoffs von zwei Typen von leitenden Partikeln A und D. Partikel A ist identisch

mit dem, der oben für Beispiel I beschrieben ist. Partikel D beinhaltet silberbeschichtete Nickelpartikel mit einer mittleren Partikeldimension von 28 u mit einer aktuellen Größenverteilung von 90% < 48,19 Mikrometer, 50% < 27,97 Mikrometer und 10% < 12,36 Mikrometer. Eine geeignete, aus Partikeln bestehende Verbindung D ist erhältlich von Novamet Specialty Products Corp., eine INCO Company, 681 Lawlins Road, Wyckof, N. J. 07481 (201-891-7976).

Die Partikel A und D werden wunschgemäß gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 80% und 20%, um einen Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger beinhaltet eine Mischung von zwei Epoxidharzen, Epoxidharz A und Epoxidharz B. Epoxidharz A ist ein Bisphenol F Epoxidharz wie "Aratronic 5046" und Epoxidharz B ist ein flüssiges Phenol-Epoxy-Novolak-Harz, wie "Quatrex 2010".

Die polymeren Träger können auch einen Härter (N-(2-cyanoethyl)-2-ethyl-4-methylimidazol), einen Haftvermittler (gamma-Glycidoxypropyltrimethoxysilan) enthalten.

Ein leitender Kleber wurde mit einer folgenden Formulierung hergestellt:

| Komponente | Menge — Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|----------------|---|
| Epoxidharz A | 7,50 |
| Epoxidharz B | 7,50 |
| Härter | 3,60 |
| Haftvermittler | 0,90 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 19,5% |
| Partikel A | 64,40 |
| Partikel D | 16,10 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 80,5% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger-Formulierung eine volumetrische Schrumpfung von 7,6% hat und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von sechs Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 6) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und unter Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 9 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 119, 503 und 1146 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 9 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal nach 1146 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, nur ein Set von Verbindungen hatte ein Anwachsen des Widerstandes über 15%.

Beispiel IX

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung eines leitenden Partikelfüllstoffs von zwei Typen von leitenden Partikeln, Partikel enthaltende Verbindungen A und E, in welchem die Partikel enthaltende Verbindung A identisch mit der oben in Beispiel I beschrieben ist. Die Partikel enthaltende Verbindung E

sind silberbeschichtete Nickelpartikel von ungefähr 32 Gewichtsprozent Silber, mit einer Scott Füllichte von 3,66 g/in³, einer Oberfläche von 0,22 m²/g, einem Pulverwiderstand von 0,4 m ohm · cm und einer mittleren Partikeldimension von 21 µ mit einer aktuellen Größenverteilung von 90% < 29,3 Mikrometer, 50% < 19,5 Mikrometer und 10% < 13,9 Mikrometer. Eine geeignete Partikel enthaltende Verbindung E ist erhältlich von Potter Industries, Inc., Carlstadt, N. J. unter Conducto-O-Fil Silver Nickel.

Die Partikel enthaltende Verbindungen A und E werden wunschgemäß gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 80% und 20%, um einen Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger beinhaltet hauptsächlich eine Mischung von zwei Epoxidharzen, Epoxidharz A und Epoxidharz B. Epoxidharz A ist ein Bisphenol F Epoxidharz wie "Aratronic 5046". Epoxidharz B ist ein flüssiges Phenol-Epoxy-Novolak-Harz, wie "Quatrex 2010".

Die polymeren Träger können auch einen Härter (N-(2-cyanoethyl)-2-ethyl-4-methylimidazol) und einen Haftvermittler (gamma-Glycidoxypolytrimethoxysilan) enthalten.

Ein leitender Kleber wurde mit der folgenden Formulierung hergestellt:

| Komponente | Menge — Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|----------------|---|
| Epoxidharz A | 7,50 |
| Epoxidharz B | 7,50 |
| Härter | 3,60 |
| Haftvermittler | 0,90 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 19,5% |
| Partikel A | 64,40 |
| Partikel E | 16,10 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 80,50% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfungseigenschaft von 7,6% hat und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von sechs Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 6) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und unter Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 10 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 65, 453 und 1096 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 10 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen nach 1096 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, nur ein Set von Verbindungen hatte ein Anwachsen des Widerstandes über 14%.

Beispiel X

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung eines leitenden Partikelfüllstoffs von zwei Typen von leitenden Partikeln, Partikel enthaltende Verbindungen A und F, in welchem die Partikel A identisch mit den in Beispiel I beschrieben sind. Partikel F sind silber-

beschichtete Glaskügelchen von ungefähr 23,8% Silber, mit einer Scott-Füllichte von 0,81 g/in³, einem spezifischen Pulverwiderstand von 2,63 Milli-Ohm cm und einer mittleren Partikeldimension von 13 Mikrometer mit einer aktuellen Größenverteilung von 90% < 20,0 Mikrometer, 50% < 12,1 Mikrometer und 10% < 7,1 Mikrometer. Eine geeignete Partikel enthaltende Verbindung F ist erhältlich von Potter Industries, Inc., Carlstadt, N. J. 07072, unter Conducto-O-Fil. Silvered Glas Spheres. Die Partikel A und F werden wunschgemäß gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 92% und 8%, um einen Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger umfaßt hauptsächlich eine Mischung von zwei Epoxidharzen, Epoxidharz A und Epoxidharz B. Epoxidharz A ist ein Bisphenol F Epoxidharz wie "Aratronic 5046". Epoxidharz B ist ein flüssiges Phenol-Epoxy-Novolak-Harz, wie "Quatrex 2010".

Der polymere Träger kann einen gewöhnlichen Härter (N-(2-cyanoethyl)-2-ethyl-4-methylimidazol) und einen Haftvermittler (gamma-Glycidoxypolytrimethoxysilan) enthalten.

Ein leitender Kleber wurde mit der folgenden Formulierung hergestellt:

| Komponente | Menge — Gewichtsprozent (normalisierte Gewichtseinheiten) |
|----------------|---|
| Epoxidharz A | 7,88 |
| Epoxidharz B | 7,88 |
| Härter | 3,78 |
| Haftvermittler | 0,96 |
| | Gesamt-Epoxidharz-Gewicht = 20,5% |
| Partikel A | 73,14 |
| Partikel F | 6,36 |
| | Gesamt-Silber-Gewicht = 79,5% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfungseigenschaft von 7,6% hat und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von sechs Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 6) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und unter Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 11 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 65, 453 und 1096 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 11 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal nach 1096 Stunden bei 90% relativer Feuchtigkeit, wobei nur zwei (2) Sets von Verbindungen ein Anwachsen des Widerstandes über 15% hatten.

In einigen der Testläufe der Beispiele II bis X (Ergebnisse nicht gezeigt), verursachte die hohe Feuchtigkeit ein Ansammeln von heißem flüssigen Wasser und Durch-Korrosion der elektrischen Zuleitungen außerhalb der geklebten Verbindungen, was ungünstige Testresultate bewirkte.

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung eines leitenden Partikelfüllstoffs von zwei Typen von Silberpartikeln enthaltenden Verbindungen A und B. Die Partikel enthaltenden Verbindungen A und B sind solche, wie oben in Beispiel II beschrieben und sind genauso gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 40% (A) zu 60% (B), um einen Füllstoff zu bilden, der mit dem Träger gemischt wird.

Der Träger umfaßt eine Mischung von Epoxidharzen, modifiziert mit einem synthetischen Kautschuk. Die modifizierte Epoxidharzmischung beinhaltet gleiche Gewichtsteile Bisphenol F Epoxidharz wie "Aratronic 5046", ein Bisphenol F Diglycidylether mit einer Viskosität von ungefähr 1400 cps bei 25°C, erhältlich von Ciba-Geigy Corporation; einen flüssigen Phenol-Epoxy-Novolak-Harz, wie "Quatrex 2010" mit einer Viskosität von ungefähr 25 000 bis 45 000 cps bei 52°C, erhältlich von Dow Chemical Corporation; und ein Butadien-Acrylonitril-synthetisches Kautschuk-Modifikationsmittel wie "Heloxy WC-8005" mit einer Viskosität von ungefähr 500 000 bis 1 000 000 cps bei 25°C, erhältlich von Wilmington Chemical Corporation, Delaware, U. S. A.

Der polymere Träger kann auch ein Imidazol-Typ-Härter wie "Curimid-CN", N-(2-cyanoethyl)-2-ethyl-4-methylimidazol, einen Verdünner wie gamma-Butyrolacton und einen Haftvermittler wie "A-187" (gamma-Glycidioxypropyltrimethoxysilan) enthalten.

Ein leitender Kleber wurde mit der folgenden Formulierung hergestellt:

| Komponente | Menge (Feuchtgewicht) |
|--------------------|--------------------------|
| Bisphenol F | 5,05 |
| Novolak-Epoxidharz | 5,05 |
| Butadien-Kautschuk | 5,32 |
| Härter | 3,19 |
| Verdünner | 1,59 |
| Haftvermittler | 0,80 |
| | Gesamt-Träger-Gewicht = |
| | 21,0% |
| Partikel A | 31,60 |
| Partikel B | 47,40 |
| | Gesamt-Füllstoff-Gewicht |
| | = 79,5% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfung von 10% hat, Ein Biege-Durchmesser von 0,50 Inch (bestimmt durch Biegen eines Streifens von ungefähr 4,5 mil Dicke, um den kleinstmöglichen Durchmesserstab ohne Schaden oder Zerbrechen des Streifens) und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von drei Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 3) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wird gemessen bei Raumtemperatur und bei Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 12 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 1021 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 12 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal oder nahm ab nach 1031 Stunden.

Ein leitender Kleber wird hergestellt unter Verwendung eines leitenden Partikelfüllstoffs von zwei Typen von Silberpartikeln enthaltenden Verbindungen A und B. Die Partikel enthaltenden Verbindungen A und B sind solche, wie oben in Beispiel II beschrieben und sind genauso gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 40% (A) zu 60% (B), um einen Füllstoff zu bilden, der mit einem Träger gemischt wird.

Der Träger umfaßt ein nichtgefülltes Urethan-Elastomer, wie "Calthane NF 1300", erhält von Cal Polymers, Inc., California, U. S. A., welches eine Mischung von ungefähr einem Teil aromatisches Isocyanat (4,4-Diphenylmethandiisocyanat und ungefähr 20 Gewichtsprozent Polymere höheren Molekulargewichts) und drei Teile Butadienhomopolymer (Hydroxyl terminated Polybutadien) umfaßt.

Der polymere Träger kann auch eine geringe Menge eines Lösungsmittels wie Carbitolacetat (2-(2-Ethoxyethoxy)ethylacetat) zur Einstellung der Viskosität enthalten.

Ein leitender Kleber wurde hergestellt mit der folgenden Formulierung:

| Komponente | Menge (Feuchtgewicht) |
|-------------------|--------------------------|
| Urethan-Elastomer | 15,85 |
| Lösungsmittel | 1,05 |
| | Gesamt-Träger-Gewicht = |
| | 16,90% |
| Partikel A | 33,24 |
| Partikel B | 49,86 |
| | Gesamt-Füllstoff-Gewicht |
| | = 83,10% |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfung von 7,7% hat, ein Biege-Durchmesser von 0,25 Inch (bestimmt durch Biegen eines Streifens von ungefähr 4,5 mil Dicke, um den kleinstmöglichen Durchmesserstab ohne Schaden oder Zerbrechen des Streifens) und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, und eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in jedem von drei Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 2) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Der Verbindungswiderstand wird gemessen bei Raumtemperatur und bei Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 13 gezeigt. Der spezifische Widerstand wurde wieder gemessen nach 429,5 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalte in Fig. 13 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal oder nahm ab nach 429,5 Stunden.

Beispiel XIII

Ein leitender Kleber wurde hergestellt unter Verwendung eines leitenden Partikelfüllstoffs von zwei Typen von Silberpartikeln enthaltenden Verbindungen A und B. Die Partikel enthaltenden Verbindungen A und B sind solche, wie oben in Beispiel II beschrieben und sind genauso gemischt in einem Gewichtsverhältnis von 40% (A) zu 60% (B), um einen Füllstoff zu bilden, der mit einem Träger gemischt wird.

Der Träger umfaßt ein Silikonharz wie "SR 900", eine Silikon konforme Deckschicht, erhältlich von General

Electric Company, Silicon Products Division, New York, U. S. A., welche eine 50%-Lösung von Silikonharz mit einer Viskosität von ungefähr 500 cps bei 25°C im Lösungsmittel Toluol umfaßt.

Der polymere Träger kann auch eine geringe Menge eines zusätzlichen Lösungsmittels wie "Aromatic 150", das ein schweres aromatisches auflösendes Benzin ist, erhältlich von Exxon Chemical Co., Texas, U. S. A., beinhalten.

Ein leitender Kleber wurde hergestellt mit der folgenden Formulierung:

| Komponente | Menge (Feuchtgewicht) | |
|------------------------------|-----------------------------------|----|
| Silikonharz "SR 900" | 22,50 | 15 |
| Lösungsmittel "Aromatic 150" | 4,50 | |
| | Gesamt-Träger-Gewicht = 27,00% | |
| Partikel A | 29,20 | 20 |
| Partikel B | 43,80 | |
| | Gesamt-Füllstoff-Gewicht = 73,00% | |

Es wurde bestimmt, daß der obige polymere Träger eine volumetrische Schrumpfung von 25% hat, ein Biege-Durchmesser von 0,25 Inch (bestimmt durch Biegen eines Streifens von ungefähr 4,5 mil Dicke, um den kleinstmöglichen Durchmesserstab ohne Schaden oder Zerbrechen des Streifens) und wurde benutzt, um ein 68-pin SMD, ein 44-pin SMD, in jedem von drei Test-Schaltkreisen (Versuche 1 bis 3) zu verbinden, wie in Beispiel I beschrieben. Ebenso wurde eine Reihenschaltung einer Widerstandsfolge in zwei Schaltkreisen getestet (Versuche 1 bis 2). Der Verbindungswiderstand wurde gemessen bei Raumtemperatur und bei Testbedingungen von 60°C und 90% relativer Feuchtigkeit wie in Fig. 14 gezeigt. Der Widerstand wurde wieder gemessen nach 192,5 Stunden Aussetzen bei 60°C und 90% relativen Feuchtigkeitstestbedingungen. Wie durch die Prozentzuwachsspalten in Fig. 14 gezeigt wird, variierte der ohmsche Widerstand von allen Verbindungen minimal oder nahm ab nach 192,5 Stunden.

Die vorliegende Erfindung stellt vorzugsweise eine elektrisch leitende Kleberzusammensetzung mit im wesentlichen stabiler Leitfähigkeit und Widerstandsmerkmalen unter sehr feuchten Bedingungen bereit und es wird geglaubt, daß dieses Ergebnis erreicht wird, als Folge des Herstellers eines Klebers mit einer volumetrischen Schrumpfrate in einem Bereich, der einen Partikel-Partikel-Kontakt und einen Partikel-Verbindungs-Oberflächen-Kontakt sicherstellt, um eine zuverlässige Verbindung herzustellen.

Zeichenerklärung/Übersetzungen:

R. H. = relative Feuchtigkeit
a. m. = vormittags
p. m. = nachmittags
HR = Stunden
acetone cleaned = Aceton gereinigt
inorganic acid = anorganische Säure
chip height = Chip-Höhe
RM Temp = Raumtemperatur
IPA cleaned = Isopropanol gereinigt
INITIAL = Anfang
SHEET = Blatt

1. Elektrisch leitender Kleber zum Kleben und Schaffen eines elektrischen Kontakts zwischen geklebten Oberflächen, umfassend: ein Gemisch, enthaltend Füllstoffpartikel, die in einem schrumpfbaren adhäsiven Träger bzw. Bindemittel dispergiert sind, wobei der Träger in einer Menge enthalten ist, die eine Haftung des Gemisches an einer Oberfläche bewirkt, und der Füllstoff aus elektrisch leitenden Partikeln besteht und in einer Menge enthalten ist und eine solche Morphologie besitzt, daß ein feuchtigkeitsbeständiger elektrischer Kontakt nach der Vernetzung bzw. Härtung des Trägers gewährleistet ist.
2. Kleber nach Anspruch 1, wobei der Träger mindestens etwa 6,8% volumetrisch bei der Vernetzung schrumpft.
3. Kleber nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Träger etwa 7,5 bis etwa 65% volumetrisch schrumpft.
4. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei mindestens ein Teil der leitenden Partikel ausgewählt wird aus der Gruppe, die aus Agglomeraten, Oberflächen durchdringenden Partikeln und Flockenpartikeln, besteht.
5. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, weiter umfassend Pulver-leitende Partikel, um einen Partikel-Partikel elektrischen Kontakt zu verbessern.
6. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Flocken-leitenden Partikel eine Dicke haben von etwa einer Größenordnung kleiner als ihre Länge, ein FSSS von etwa 0,90 bis 1,30 µm, eine Klopfdichte von etwa 3,0 bis 3,5 g/cm³, eine Scott-Dichte von etwa 30 bis 35 g/in³ und eine Oberfläche von etwa 0,3 bis 0,6 m²/g.
7. Kleber nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Agglomerate-leitenden Partikel eine raue Oberflächencharakteristik und eine mittlere Größe von 10,6 µm bis 2,0 µm haben.
8. Kleber nach einem der Ansprüche 1 bis 4 oder Anspruch 7, wobei die Agglomerate leitenden Partikel einen FSSS von etwa 0,6 µm, eine Klopfdichte von etwa 1,85 g/cm³, eine Scott-Dichte von etwa 16,7 g/in³ und eine Oberfläche von etwa 1,62 m²/g haben.
9. Kleber nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Pulver-leitenden Partikel eine FSSS von etwa 0,75 µm eine Klopfdichte von etwa 2,70 g/cm³, eine Scott-Dichte von etwa 20,1 g/in³ und eine Oberfläche von etwa 1,41 m²/g haben.
10. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der leitende Partikelfüllstoff umfaßt, in Kombination, leitende flockenartige Partikel mit einer Dicke, die eine Größenordnung kleiner als ihre Länge und Breite ist, und mindestens einen Typ von Partikeln ausgewählt aus:
 - (a) leitende Agglomerate mit einer rauen Oberflächencharakteristik,
 - (b) silberbeschichtete Nickelpartikel,
 - (c) silberbeschichtete Glaskügelchen, und
 - (d) feine Silberpartikel.
11. Zusammensetzung nach Anspruch 10, wobei die silberbeschichteten Nickelpartikel eine mittlere Partikeldimension von etwa 28 µm haben.
12. Kleber nach einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei die silberbeschichteten Nickelpartikel etwa 32 Gewichtsprozent Silber enthalten und eine Scott-

Dichte von etwa 3,66 g/in³, eine Oberfläche von etwa 0,22 m²/g, einen spezifischen Pulverwiderstand von etwa 0,4 m ohm · cm, und eine mittlere Partikeldimension von etwa 21 µm haben.

13. Kleber nach einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei die silberbeschichteten Glaspartikel etwa 23,82 Gewichtsprozent Silber enthalten und eine Scott-Dichte von etwa 0,81 g/in³, einen spezifischen Pulverwiderstand von etwa 2,63 µm ohm · cm, und eine mittlere Partikeldimension von etwa 13 µm haben.

14. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Träger ein vernetzbarer polymerer Träger ist, der mindestens etwa 10% volumetrisch schrumpft.

15. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der polymere Träger ein oder mehrere Epoxidharze umfaßt.

16. Zusammensetzung nach Anspruch 15, wobei der Epoxidharz polymere Träger ausgewählt ist aus:

- (a) Bisphenol F Epoxidharze,
- (b) flüssige Phenol-Epoxyharz-Novolak-Harze,
- (c) Bisphenol A-Epoxidharze und Gemische davon.

17. Zusammensetzung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Füllstoff anwesend ist in einer Menge, die von 60 bis 90 Gewichtsprozent, basierend auf dem kombinierten Gewicht von Träger und Füllstoff, reicht.

18. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Träger ausgewählt ist aus Epoxidharzen modifiziert mit einem synthetischen Kautschuk, Polyurethanharzen und Silikonharzen, und wobei der Träger etwa 7 bis etwa 25% volumetrisch schrumpft.

19. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Füllstoff eine Mischung von Flocken- und Agglomeraten-leitenden Partikeln ist, die etwa 60 bis 90 Gewichtsprozent des Klebers ausmachen.

20. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Füllstoffmischung etwa 60 Gewichtsprozent Flocken und etwa 40 Gewichtsprozent Agglomerat-leitende Partikel hat.

21. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Flocken "6" sind und die Agglomerate "7" sind.

22. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Träger etwa 21 Gewichtsprozent des Klebers umfaßt und etwa 5 Gewichtsprozent Bisphenol F-Harz, etwa 5 Gewichtsprozent Novolak-Epoxidharz, etwa 5 Gewichtsprozent Butadien-Kautschuk und etwa 5 Gewichtsprozent Härter, Verdünner und Haftvermittler enthält, alles bezogen auf das Gesamtgewicht des Klebers.

23. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Träger etwa 17 Gewichtsprozent des Klebers enthält und hauptsächlich aus Urethan-Elastomer ist.

24. Kleber nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Träger etwa 27 Gewichtsprozent des Klebers ausmacht und hauptsächlich eine Mischung von Silikonharz und Toluol ist.

25. Verfahren, zur Schaffung einer feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Verbindung, umfassend folgende Schritte: Aufbringen eines leitenden Klebers auf eine Oberfläche, der Füllstoffteilchen disper-

giert in einem bei Vernetzung schrumpfenden Bindemittel enthält, wobei das Bindemittel in einer Menge enthalten ist, die eine Haftung des Klebers auf einem Substrat gewährleistet, der Füllstoff in einer Menge enthalten ist und eine solche Morphologie besitzt, daß ein feuchtigkeitsbeständiger elektrischer Kontakt geschaffen wird, sowie Schrumpfen des Bindemittels unter Ausbildung der Verbindung.

26. Verfahren, zur Schaffung einer feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Verbindung, umfassend folgende Schritte: Aufbringen des Klebers nach einem der Ansprüche 1 bis 24 auf eine Oberfläche und Vernetzen des Bindemittels unter Schrumpfung des Bindemittels und Kompression der Füllstoffteilchen unter Ausbildung einer feuchtigkeitsbeständigen elektrischen Verbindung mit der Oberfläche.

Hierzu 16 Seite(n) Zeichnungen

| | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 15 HR | % | 24 HR @ | % | 39 HR @ | % | 63 HR @ | % | 111 | % | EX 1 R 1000 |
|--------------|-----|-----------|-------------|---------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|-------------|-------|-------------|-------|-------------|
| | | RM TEMP | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | |
| | | CHIP | 5:00 PM | 5:30 PM | 9:00 AM | | 5:00 PM | | 9:00 AM | | 9:00 AM | | 10:00 AM | | |
| | | HEIGHT | | | | | | | | | | | | | 1000.000 |
| | 68 | | 12.435 | 13.159 | 15.546 | 18.3 | 15.914 | 22.1 | 16.269 | 25.7 | 16.128 | 30.4 | 15.296 | 33.9 | 34.648 |
| 140°C/10m/IR | res | | 25.669 | 26.238 | 26.302 | 2.9 | 26.294 | 2.5 | 26.287 | 2.2 | 26.29 | 2.3 | 25.97 | 18.00 | 26.407 |
| | 44 | | 7.367 | 8.217 | 10.116 | 36.4 | 10.214 | 38.3 | 10.324 | 40.4 | 10.401 | 41.9 | 9.442 | 47.5 | 13.407 |
| | | | | | | | | | | 36.6 | | | | | |
| | 68 | | | | | | | | | | | | | | |
| 140°C/10m/IR | res | | | | | | | | | | | | | | |
| | 44 | | 6.961 | 7.657 | 9.126 | 31.5 | 9.276 | 34.8 | 9.362 | 36.6 | 9.473 | 39.00 | 8.6611 | 42.9 | 13.801 |
| | | | | | | | | | | | | | | | 132.1 |

FIG. 1

Nummer:

DE 40 38 274 A1

Int. Cl.⁵:

H 01 B 1/20

Offenlegungstag:

6. Juni 1991

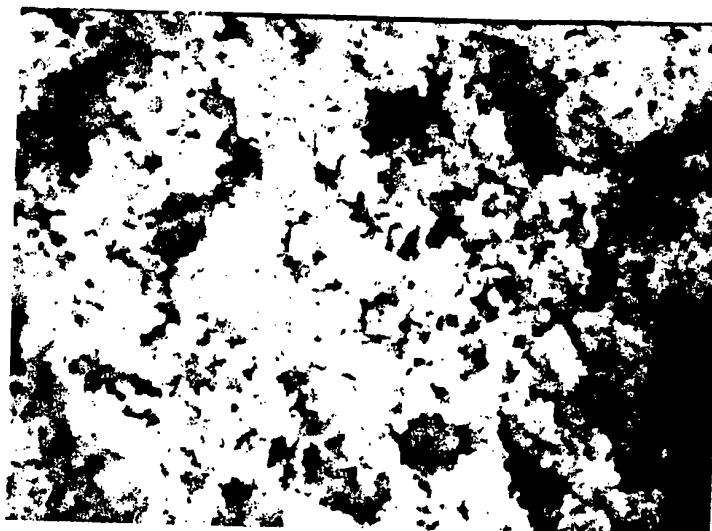


FIG. 2

FIG 3A
SHEET 1/2

| | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 17 HR @ | % | 40 HR @ | % | 112 HR @ | % | 306 HR @ | % | 618 HR @ | % |
|--------------|--------|-----------|-------------|-------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|
| | | RM TEMP | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR |
| ACETONE | | | | | 10/26/89 | | 10:00 AM | | 10:00 AM | | 12:30 PM | | | |
| CLEANED | | | | | | | | | | | | | | |
| | CHIP | 4:30 PM | 5:00 PM | | | | | | | | | | | |
| | HEIGHT | | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 9.0 | 11.41 | 12.35 | 12.12 | 0.4 | 12.23 | 1.4 | 12.21 | -1.7 | 12.12 | -2.8 | 12.10 | -3.0 |
| 140°C/10 MIN | res | | 1.42 | 1.54 | 1.56 | 1.4 | 1.48 | 4.2 | 1.46 | -5.6 | 1.46 | -5.6 | 1.46 | -5.6 |
| | 44 | 3.0 | 7.22 | 7.76 | 7.10 | 1.9 | 7.52 | 5.0 | 7.46 | -6.3 | 7.43 | -6.9 | 7.42 | -7.1 |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 3.0 | 13.48 | 14.52 | 14.64 | 1.1 | 14.64 | 1.1 | 14.64 | 1.1 | 14.49 | -0.3 | 14.59 | 0.1 |
| 140°C/10 MIN | res | | 1.30 | 1.40 | 1.44 | 3.1 | 1.43 | 2.3 | 1.42 | 1.5 | 1.42 | 1.5 | 1.43 | 2.3 |
| | 44 | 4.0 | 7.66 | 8.28 | 8.30 | 0.4 | 8.38 | 1.9 | 8.41 | 2.5 | 8.30 | 0.4 | 8.34 | 1.1 |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 5.5 | 10.37 | 11.26 | 11.12 | 2.2 | 11.14 | 1.9 | 11.16 | -1.6 | 11.22 | -0.8 | 11.15 | -1.8 |
| 140°C/10 MIN | res | | 1.37 | 1.49 | 1.55 | 4.3 | 1.50 | 0.7 | 1.51 | 1.4 | 1.52 | 2.2 | 1.50 | 0.7 |
| | 44 | 2.8 | 6.34 | 6.88 | 6.75 | 3.4 | 6.75 | 3.1 | 6.76 | -3.1 | 6.74 | -3.6 | 6.67 | -5.4 |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 2.5 | 11.52 | 10.79 | 12.64 | 1.8 | 12.68 | 2.2 | 12.72 | 2.7 | 12.67 | 2.1 | 12.79 | 3.5 |
| 140°C/10 MIN | res | | 1.41 | 1.53 | 1.55 | 1.4 | 1.53 | 0.0 | 1.54 | 0.7 | 1.52 | -0.7 | 1.51 | -1.4 |
| | 44 | 3.3 | 7.63 | 6.26 | 8.35 | 1.7 | 8.38 | 2.3 | 8.41 | 2.9 | 8.35 | 1.7 | 8.34 | 1.5 |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 3.0 | 10.11 | 10.79 | 10.79 | 0.0 | 10.76 | 0.4 | 10.75 | -0.6 | 10.70 | -1.3 | 10.66 | -1.9 |
| 140°C/10 MIN | res | | 1.40 | 1.52 | 1.57 | 3.5 | 1.60 | 5.6 | 1.61 | 6.3 | 1.62 | 7.0 | 1.65 | 9.2 |
| | 44 | 2.0 | 6.30 | 6.87 | 6.82 | 1.2 | 6.79 | 2.1 | 6.78 | -2.3 | 6.71 | -4.1 | 6.68 | -4.9 |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 5.5 | 9.95 | 10.85 | 10.84 | 0.1 | 10.77 | 1.2 | 10.76 | -1.3 | 10.71 | -2.0 | 10.61 | -3.5 |
| 140°C/10 MIN | res | | 1.38 | 1.50 | 1.53 | 2.1 | 1.54 | 2.9 | 1.54 | 2.9 | 1.54 | 2.9 | 1.55 | 3.6 |
| | 44 | 2.0 | 6.09 | 6.63 | 6.58 | 1.4 | 6.61 | 0.6 | 6.62 | -0.3 | 6.64 | 0.3 | 6.52 | -3.0 |

Nummer:
Int. Cl.5:
Offenlegungstag:

DE 40 38 274 A1
H 01 B 1/20
6. Juni 1991

| 1002 HR @ | % | |
|-------------|------|----|
| 60°C/90% RH | INCR | 60 |
| | | |
| | | |
| | | |
| 12.15 | 2.4 | |
| 1.41 | -9.0 | |
| 7.41 | -7.4 | |
| | | |
| 14.82 | 2.9 | |
| 1.47 | 5.4 | |
| 6.41 | 2.5 | |
| | | |
| 11.34 | 0.8 | |
| 1.54 | 3.6 | |
| 6.70 | 4.6 | |
| | | |
| 13.00 | 6.0 | |
| 1.51 | -1.4 | |
| 8.42 | 3.0 | |
| | | |
| 10.77 | 0.3 | |
| 1.68 | 11.3 | |
| 6.68 | -4.9 | |
| | | |
| 10.65 | -2.9 | |
| 1.56 | 4.3 | |
| 6.61 | 0.6 | |

FIG. 3A
SHEET 2/2

| | | INITIAL @ RM TEMP | INITIAL @ 60 C/90% RH | % INCR | 14.5 HR @ 60 C/90% RH | % INCR | 117.5 HR @ 60 C/90% RH | % INCR | 149 HR @ 60 C/90% RH |
|-------------------|--------|----------------------|--------------------------|-----------|--------------------------|-----------|---------------------------|-----------|-------------------------|
| INORGANIC ACID | | | | | | | | | |
| | CHIP | 5:00 PM | 6:00 PM | | 8:30 AM | | 4:30 PM | | 11:00 AM |
| | HEIGHT | | | | | | | | |
| | 68 | 4 | 10.440 | 12.4 | 11.120 | 1.7 | 11.030 | -2.9 | 11.030 |
| 140 C/10 MIN | res | | | | | | | | |
| | 44 | 2 | 5.950 | 15.3 | 6.350 | -1.5 | 6.310 | -2.6 | 6.310 |
| | | | | | | | | | |
| | 68 | 3 | 9.030 | 14.9 | 9.720 | -1.0 | 9.670 | -1.9 | 9.670 |
| 140 C/10 MIN | res | | 25.510 | 13.5 | 25.550 | 2.6 | 25.540 | 2.0 | 25.540 |
| | 44 | 1.3 | 6.630 | 14.3 | 7.100 | -1.2 | 7.070 | -1.9 | 7.070 |
| | | | | | | | | | |
| | 68 | 2.8 | 10.650 | 13.5 | 11.530 | -0.3 | 11.700 | -1.1 | 11.470 |
| 140 C/10 MIN | res | | | | | | | | |
| | 44 | 1.8 | 7.040 | 14.4 | 4.610 | -0.2 | 7.570 | -1.1 | 7.570 |
| | | | | | | | | | |
| | 68 | 2.5 | 9.720 | 14.7 | 10.530 | -0.5 | 10.500 | -0.9 | 10.500 |
| 140 C/10 MIN | res | | 25.310 | 15.9 | 25.390 | 6.1 | 25.390 | 6.1 | 25.390 |
| | 44 | 2.8 | 5.680 | 17.9 | 6.120 | -1.3 | 6.080 | -2.5 | 6.080 |
| | | | | | | | | | |
| | 68 | 2 | | | | | | | |
| 140 C/10 MIN | res | | | | | | | | |
| | 44 | 0.5 | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |
| | 68 | 3 | 10.230 | 13.0 | 10.980 | -0.9 | 10.910 | -1.8 | 10.910 |
| 140 C/10 MIN | res | | 25.180 | 16.1 | 25.390 | 1.5 | 25.390 | 1.5 | 25.390 |
| | 44 | 2.5 | 7.340 | 12.9 | 7.850 | -1.0 | 7.800 | -2.0 | 7.800 |

FIG. 3B SHEET 1/2

| % | 297 HR@ | % | 969 HR@ | % |
|------|-------------|------|-------------|------|
| INCR | 60 C/90% RH | INCR | 60 C/90% RH | INCR |
| | 3:00 PM | | 2:30 PM | |
| -2.9 | 10.96 | -3.9 | 10.86 | -5.2 |
| -2.6 | 6.27 | -3.8 | 6.25 | -4.4 |
| -1.9 | 9.6 | -3.1 | 9.53 | -4.3 |
| 2.0 | 25.52 | 0.7 | 25.56 | 3.3 |
| -1.9 | 7.04 | -2.7 | 6.98 | -4.1 |
| -1.1 | 11.45 | -1.3 | 11.44 | -1.5 |
| -1.1 | 7.55 | -1.5 | 4.47 | -3.2 |
| -0.9 | 10.45 | -1.7 | 10.41 | -2.3 |
| 6.1 | 25.4 | 6.9 | 25.47 | 12.2 |
| -2.5 | 6.04 | -3.8 | 5.96 | -6.3 |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| -1.8 | 10.88 | -2.3 | 10.89 | 2.1 |
| 1.5 | 25.38 | 0.7 | 25.34 | 2.2 |
| -2.0 | 7.79 | -2.2 | 7.86 | 0.8 |

 FIG. 3B
 SHEET 2/2

| | | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 15 HR @ | % | 65 HR | % | 141 HR @ | % |
|---------------|-----|--------|-----------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|
| 4.5 % | | | RM TEMP. | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR |
| | | CHIP | 5:00 PM | 5:30 PM | | 8:30 PM | | 10:00 AM | | 2:00 PM | |
| | | HEIGHT | | | | | | | | | |
| | 68 | 4.0 | 10.45 | 11.40 | 14.7 | 11.34 | -0.8 | 11.32 | -1.1 | 11.350 | 0.7 |
| 140°C/ 10 MIN | res | | 1.66 | 1.80 | 9.0 | 1.83 | 1.7 | 1.84 | 2.2 | 1.840 | 2.2 |
| | 44 | 1.0 | 6.47 | 7.03 | 16.1 | 7.04 | 0.2 | 7.04 | 0.2 | 7.060 | 0.7 |
| | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 2.8 | 9.63 | 10.40 | 15.1 | 10.41 | -1.1 | 10.4 | -1.2 | 10.420 | 0.9 |
| 140°C/ 10 MIN | res | | 1.38 | 1.50 | 9.4 | 1.53 | 2.0 | 1.53 | 2.0 | 1.540 | 2.7 |
| | 44 | 0.5 | 5.51 | 6.01 | 19.9 | 5.99 | -0.7 | 5.98 | -1.0 | 5.990 | -0.7 |

FIG. 4

FIG. 5

| | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 62 HR | % | 136 HR | % | 1073 HR | % | 1598 HR | % |
|---------------|--------|-----------|-------------|-------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|
| STEAMED 8 HRS | | RM TEMP | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR |
| | CHIP | 5:30 PM | 6:00 PM | | 8:00 AM | | 10:00 AM | | 11:00 AM | | 8:00 AM | |
| | HEIGHT | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 32.170 | 34.060 | 6.7 | 32.210 | 6.2 | 31.270 | 9.3 | 31.400 | 8.8 | 31.890 | 7.2 |
| 140°C/10 MIN | res | 1.940 | 2.090 | 8.2 | 2.210 | 6.0 | 2.200 | 5.5 | 2.250 | 1.9 | 2.280 | 3.8 |
| | 44 | 18.910 | 20.100 | 7.5 | 19.020 | 6.3 | 18.680 | 8.3 | 19.020 | 6.3 | 19.310 | 4.6 |
| | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 36.570 | 38.630 | 6.3 | 35.640 | 8.6 | 34.600 | 11.6 | 34.330 | 12.2 | 34.960 | 10.6 |
| 140°C/10 MIN | res | 2.100 | 2.250 | 7.5 | 2.370 | 5.6 | 2.410 | 7.4 | 2.620 | 11.0 | 2.670 | 11.3 |
| | 44 | 21.580 | 50.320 | 154.7 | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 68.290 | 71.430 | 4.9 | 66.810 | 6.9 | 63.200 | 12.2 | 63.240 | 12.1 | 64.680 | 10.0 |
| 140°C/10 MIN | res | 2.040 | 2.180 | 7.2 | 2.490 | 14.9 | 2.500 | 15.4 | 2.660 | 7.1 | 2.740 | 10.0 |
| | 44 | 31.880 | 33.430 | 5.4 | 31.460 | 6.5 | 30.710 | 8.9 | 31.740 | 5.6 | 32.480 | 3.1 |
| | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 52.940 | 55.370 | 5.0 | 55.720 | 0.7 | 51.230 | 8.1 | 51.270 | 8.6 | 52.680 | 3.1 |
| 140°C/10 MIN | res | | | | | | | | | | | |
| | 44 | 26.140 | 27.490 | 5.8 | 25.850 | 6.7 | 25.300 | 8.9 | 25.880 | 6.6 | 26.710 | 3.2 |
| | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 28.440 | 30.060 | 6.6 | 28.500 | 6.0 | 27.630 | 9.3 | 27.650 | 9.2 | 28.300 | 6.8 |
| 140°C/10 MIN | res | 1.980 | 2.100 | 6.4 | 2.190 | 4.5 | 2.210 | 5.5 | 2.570 | 18.2 | 2.610 | 19.0 |
| | 44 | 15.980 | 16.060 | 0.6 | | | 16.050 | 0.1 | 16.410 | 2.7 | 16.720 | 5.1 |
| | | | | | | | | | | | | |
| | 68 | 30.220 | 31.850 | 6.2 | 29.920 | 6.9 | 29.060 | 10 | 29.600 | 8.1 | 30.890 | 3.4 |
| 140°C/10 MIN | res | 1.880 | 2.020 | 7.9 | 2.080 | 3.1 | 2.050 | 1.6 | 2.140 | 3.0 | 2.190 | 7.2 |
| | 44 | 19.040 | 20.150 | 6.9 | 19.150 | 5.8 | 18.840 | 7.6 | 19.380 | 4.5 | 20.020 | 0.8 |

FIG. 6

| | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 14 HR | % | 62 HR | % | 1025 HR | % | 1530 HR | % |
|--------------|--------|--------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| | | RM TEMP 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R | INCOR 30°C/50% R |
| | | 7:00 PM | 7:30 PM | | 1:30 PM | 8:30 AM | 8:30 AM | 8:30 AM | 8:30 AM | 8:30 AM | 1:30 PM | |
| | CHIP | | | | | | | | | | | |
| | HEIGHT | | | | | | | | | | | |
| 68 | | 7.770 | 8.460 | 18.3 | 8.430 | 8.420 | 8.420 | -0.9 | 8.300 | -3.6 | 8.210 | -5.6 |
| 140°C/10 MIN | res | 1.700 | 1.840 | 8.8 | 1.820 | 1.820 | 1.820 | -1.1 | 1.720 | -5.6 | 1.660 | -9.3 |
| 44 | | 4.740 | 5.170 | 24.7 | 5.120 | 5.110 | 5.110 | -2.8 | 5.010 | -7.4 | 5.000 | -7.8 |
| | | | | | | | | | | | | |
| 68 | | 6.350 | 6.910 | 23.8 | 6.880 | 6.870 | 6.870 | -1.4 | 6.610 | -10.3 | 6.570 | -11.7 |
| 140°C/10 MIN | res | 1.500 | 1.610 | 7.9 | 1.600 | 1.600 | 1.600 | -0.7 | 1.550 | -3.3 | 1.510 | -6.0 |
| 44 | | 4.630 | 5.040 | 25.2 | 5.010 | 5.010 | 5.010 | -1.5 | 4.980 | -2.9 | 5.050 | 0.5 |
| | | | | | | | | | | | | |
| 68 | | 6.580 | 7.180 | 23.3 | 7.170 | 7.170 | 7.170 | -0.3 | 7.040 | -4.4 | 7.100 | 2.5 |
| 140°C/10 MIN | res | 1.530 | 1.660 | 9.1 | 1.650 | 1.650 | 1.650 | -0.6 | 1.550 | -3.9 | 1.550 | 6.5 |
| 44 | | 4.550 | 4.980 | 27.7 | 4.970 | 4.970 | 4.970 | -0.5 | 5.050 | 3.5 | 5.190 | 10.6 |
| | | | | | | | | | | | | |
| 68 | | 7.500 | 8.160 | 18.9 | 8.100 | 8.080 | 8.080 | -1.9 | 7.920 | -4.4 | 7.870 | -5.1 |
| 140°C/10 MIN | res | 1.760 | 1.910 | 9.3 | 1.890 | 1.930 | 1.930 | 1.1 | 1.810 | -4.5 | 2.040 | 6.0 |
| 44 | | 4.810 | 5.250 | 24.3 | 5.200 | 5.190 | 5.190 | -2.7 | 5.070 | -8.0 | 5.010 | -10.7 |
| | | | | | | | | | | | | |
| 68 | | 7.100 | 8.500 | 45.2 | 8.520 | 8.530 | 8.530 | 0.7 | 8.540 | 0.9 | 8.720 | 4.9 |
| 140°C/10 MIN | res | 1.630 | 1.760 | 8.5 | 1.760 | 1.800 | 1.800 | 2.4 | 1.650 | -6.6 | 1.620 | -10.6 |
| 44 | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| 68 | | | | | | | | | | | | |
| 140°C/10 MIN | res | 1.550 | 1.68 | 9.0 | 1.670 | 1.670 | 1.670 | -0.6 | 1.660 | -0.6 | 1.760 | 5.7 |
| 44 | | 4.250 | 4.640 | 31.2 | 4.600 | 4.600 | 4.600 | -2.4 | 4.520 | -7.3 | 4.510 | 7.9 |

Nummer:
Int. Cl.⁵:
Offenlegungstag:

DE 40 36 274 A1
H 01 B 1/20
6. Juni 1991

FIG. 7

| | | INITIAL @ RM TEMP. | INITIAL @ 60°C/90% RH | % INCR | 14 HR 60°C/90% RH | % INCR | 62 HR 60°C/90% RH | % INCR | 1025 HR 60°C/90% RH | % INCR |
|-------------------|--------|-----------------------|--------------------------|-----------|----------------------|-----------|----------------------|-----------|------------------------|-----------|
| IPA CLEANED | | | | | | | | | | |
| | CHIP | 6:00 PM | 6:30 PM | | 8:30 AM | | 8:30 AM | | 11:00 AM | |
| | HEIGHT | | | | | | | | | |
| | 68 | 7.710 | 8.310 | 16.2 | 8.220 | -2.1 | 8.090 | -5.1 | 7.850 | -10.7 |
| 140°C/ 10 MIN res | | 1.540 | 1.640 | 6.9 | 1.620 | -1.3 | 1.610 | -1.9 | 1.630 | 0.7 |
| | 44 | 4.930 | 5.310 | 19.7 | 5.240 | -3.0 | 5.150 | -6.9 | 4.970 | -14.7 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 7.470 | 8.120 | 18.7 | 8.090 | -0.7 | 8.010 | -2.7 | 7.820 | -7.3 |
| 140°C/ 10 MIN res | | 1.500 | 1.610 | 7.9 | 1.600 | -0.7 | 1.590 | -1.3 | 1.590 | -0.7 |
| | 44 | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 7.890 | 8.600 | 18.3 | 8.570 | -0.7 | 8.460 | -3.0 | 8.260 | -7.4 |
| 140°C/ 10 MIN res | | 1.580 | 1.690 | 7.4 | 1.670 | -1.3 | 1.660 | -1.9 | 1.670 | 0.0 |
| | 44 | 5.080 | 5.530 | 21.6 | 5.500 | -1.2 | 5.430 | -4.0 | 5.310 | -8.7 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 7.340 | 8.000 | 19.8 | 7.960 | -1.0 | 7.860 | -3.5 | 7.810 | -3.8 |
| 140°C/ 10 MIN res | | 1.400 | 1.470 | 5.4 | 1.420 | -3.6 | 1.410 | -4.4 | 1.430 | 0.8 |
| | 44 | 4.560 | 4.980 | 26.9 | 4.960 | -1.0 | 4.910 | -3.5 | 4.830 | -7.6 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 7.700 | 8.390 | 18.6 | 8.360 | -0.7 | 8.260 | -3.0 | 8.170 | -5.0 |
| 140°C/ 10 MIN res | | 1.500 | 1.610 | 7.9 | 1.600 | -0.7 | 1.580 | -2.0 | 1.610 | 0.7 |
| | 44 | 8.440 | 5.090 | 61.6 | 5.080 | -0.5 | 5.030 | -2.9 | 4.970 | -5.7 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 7.740 | 8.390 | 17.4 | 8.300 | -2.1 | 8.150 | -5.5 | 8.160 | -5.2 |
| 140°C/ 10 MIN res | | 1.550 | 1.660 | 7.6 | 1.650 | -0.6 | 1.640 | -1.3 | 1.690 | 2.6 |
| | 44 | 4.800 | 5.250 | 25.0 | 5.230 | -0.9 | 5.140 | -4.9 | 5.060 | -8.4 |

FIG. 8

| | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 15 HR | % | 191 HR | % | 981 HR | % |
|---------------|-----|-----------|-------------|---------|-------------|--------|-------------|---------|-------------|------|
| | | RM TEMP | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR | 60°C/90% RH | INCR |
| IPA CLEANED | | | | | | | | | | |
| | | CHIP | 5:00 PM | 5:30 PM | 8:30 AM | | 4:00 PM | | 2:00 PM | |
| | | HEIGHT | | | | | | | | |
| | 68 | | | | | | | | | |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.480 | 1.560 | 5.800 | 1.540 | -1.400 | 1.410 | -10.300 | 1.480 | -4.2 |
| | 44 | 4.320 | 4.660 | 25.800 | 4.640 | -1.200 | 4.360 | -18.100 | 4.770 | 6.6 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 6.830 | 7.330 | 17.700 | 7.170 | -4.800 | 6.720 | -18.300 | 7.110 | -6.6 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.480 | 1.560 | 5.800 | 1.550 | -0.700 | 1.420 | -9.600 | 1.500 | -3.4 |
| | 44 | 4.340 | 4.700 | 26.900 | 4.670 | -1.800 | 4.420 | -16.500 | 4.760 | 3.5 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 6.920 | 7.520 | 20.500 | 7.450 | -2.000 | 7.030 | -13.900 | 7.520 | 0.0 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.440 | 1.520 | 6.000 | 1.510 | -0.700 | 1.370 | -10.600 | 1.430 | 5.7 |
| | 44 | 4.270 | 4.640 | 29.100 | 4.620 | -1.200 | 4.390 | -15.200 | 4.780 | 8.5 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | | | | | | | | | |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.470 | 1.550 | 5.800 | 1.530 | -1.400 | 1.420 | -9.000 | 1.490 | -2.8 |
| | 44 | 4.200 | 4.560 | 30.000 | 4.520 | -2.600 | 4.250 | -19.900 | 4.470 | -5.8 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 7.050 | 7.670 | 20.300 | 7.600 | -1.900 | 7.460 | -5.700 | 7.470 | -5.4 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.470 | 1.550 | 5.800 | 1.550 | -0.000 | 1.430 | -8.300 | 1.520 | -2.1 |
| | 44 | 4.320 | 4.700 | 28.800 | 4.660 | -2.400 | 4.360 | -20.000 | 4.650 | -2.9 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | | | | | | | | | |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.470 | 1.540 | 5.100 | 1.510 | -2.100 | 1.400 | -9.700 | 1.530 | 1.4 |
| | 44 | 4.230 | 4.580 | 28.500 | 4.540 | -2.500 | 4.200 | -24.100 | 4.450 | -8.2 |

Nummer:
Int. Cl. 5:
Offenlegungstag:

DE 40 36 274 A1
H 01 B 1/20
6. Juni 1991

FIG. 9

| | | INITIAL @ RM TEMP 80°C/90% R | INITIAL @ % INCR 80°C/90% R | 119 HR % INCR 80°C/90% R | 503 HR % INCR 80°C/90% R | 1146 HR % INCR 60°C/90% RH | % INCR |
|---------------|-----|---------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-------------------------------|--------|
| IPA CLEANED | | | | | | | |
| | | CHIP 2:00 PM | 2:30 PM | 1:00 PM | 1:00 PM | 8:00 AM | |
| | | HEIGHT | | | | | |
| | 68 | 11.40 | 12.17 | 10.00 | 11.92 | 3.10 | 12.02 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.49 | 1.58 | 6.50 | 1.50 | 5.40 | 1.48 |
| | 44 | | 0.00 | | | | 1.47 |
| | | | | | | | 7.40 |
| | | | | | | | |
| | 68 | | | | | | |
| 140°C/ 10 MIN | res | 10.01 | 10.81 | 13.30 | 10.65 | 2.30 | 10.73 |
| | | 1.56 | 1.66 | 6.80 | 1.62 | 2.60 | 1.62 |
| | 44 | 6.74 | 7.27 | 14.00 | 7.14 | 3.00 | 7.21 |
| | | | | | | | 1.40 |
| | | | | | | | 7.35 |
| | | | | | | | 1.90 |
| | 68 | 9.49 | 10.27 | 14.20 | 10.11 | 2.60 | 10.19 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.50 | 1.58 | 5.70 | 1.49 | 6.10 | 1.43 |
| | 44 | 6.42 | 6.92 | 14.60 | 6.78 | 3.60 | 6.85 |
| | | | | | | | 1.80 |
| | | | | | | | 6.99 |
| | | | | | | | 1.80 |
| | 68 | | | | | | |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.38 | 1.47 | 7.00 | 1.43 | 2.90 | 1.41 |
| | 44 | 5.57 | 6.03 | 17.90 | 5.95 | 2.60 | 6.03 |
| | | | | | | | 0.00 |
| | | | | | | | 6.17 |
| | | | | | | | 4.60 |
| | 68 | 11.76 | 12.64 | 11.30 | 12.64 | 0.00 | 12.82 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.40 | 1.49 | 6.90 | 1.45 | 2.90 | 1.44 |
| | 44 | 9.39 | 7.75 | 25.70 | 7.87 | 2.50 | 7.94 |
| | | | | | | | 4.00 |
| | | | | | | | 8.50 |
| | | | | | | | 15.80 |
| | 68 | 11.14 | 11.93 | 11.10 | 11.98 | 0.60 | 12.16 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.58 | 1.66 | 5.40 | 1.57 | 5.80 | 1.55 |
| | 44 | 9.14 | 9.74 | 9.80 | 9.59 | 2.20 | 9.75 |
| | | | | | | | 0.10 |
| | | | | | | | 10.08 |
| | | | | | | | 5.00 |

FIG. 10

| | | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 65 HR | % | 453 HR | % | 1096 HR | % |
|---------------|-----|--------|-----------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|-------------|------|
| IPA CLEANED | | | RM TEMP. | 60 C/90% RH | INCR | 60 C/90% RH | INCR | 60 C/90% RH | INCR | 60 C/90% RH | INCR |
| | | CHIP | 4:00 PM | 4:30 PM | | 9:00 AM | | 1:00 PM | | 8:00 AM | |
| | | HEIGHT | | | | | | | | | |
| | 68 | | | | | | | | | | |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 1.490 | 1.610 | 8.6 | 1.590 | -1.3 | 1.550 | -4.0 | 1.540 | -4.6 |
| | 44 | | 8.690 | 9.410 | 12.7 | 9.330 | 1.9 | 9.690 | 4.4 | 10.330 | 14.4 |
| | | | | | | | | | | | |
| | 68 | | 15.460 | 16.690 | 10.7 | 16.630 | -0.5 | 16.610 | -0.6 | 17.120 | 3.4 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 1.450 | 1.560 | 8.1 | 1.530 | -2.1 | 1.490 | -4.8 | 1.490 | -4.8 |
| | 44 | | 11.770 | 12.650 | 10.0 | 12.600 | -0.5 | 12.710 | 0.6 | 13.230 | 6.0 |
| | | | | | | | | | | | |
| | 68 | | 11.890 | 12.920 | 13.1 | 13.020 | 1.1 | 13.100 | 2.0 | 13.550 | 7.1 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 1.570 | 1.700 | 8.8 | 1.670 | -1.9 | 1.640 | -3.8 | 1.630 | -4.4 |
| | 44 | | 7.860 | 8.550 | 14.2 | 8.560 | 0.2 | 8.680 | 2.3 | 9.210 | 11.9 |
| | | | | | | | | | | | |
| | 68 | | 16.270 | 17.550 | 10.4 | 17.520 | -0.2 | 17.460 | -0.7 | 17.910 | 2.7 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 1.490 | 1.600 | 7.9 | 1.570 | -2.0 | 1.530 | -4.7 | 1.530 | -4.7 |
| | 44 | | 11.500 | 12.400 | 10.6 | 12.250 | -1.6 | 12.220 | -1.9 | 12.600 | 2.1 |
| | | | | | | | | | | | |
| | 68 | | 11.090 | 12.060 | 13.7 | 11.980 | -1.0 | 11.890 | -2.1 | 11.980 | -1.0 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 1.440 | 1.560 | 9.0 | 1.520 | -2.7 | 1.470 | -6.2 | 1.470 | -6.2 |
| | 44 | | 7.150 | 7.770 | 14.9 | 7.660 | -2.3 | 7.620 | -3.1 | 7.810 | 0.8 |
| | | | | | | | | | | | |
| | 68 | | 10.960 | 11.930 | 13.9 | 11.890 | -0.5 | 11.860 | -0.9 | 12.030 | 1.3 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 1.410 | 1.530 | 9.2 | 1.510 | -1.4 | 1.490 | -2.8 | 1.480 | -3.5 |
| | 44 | | 8.290 | 9.000 | 13.4 | 8.970 | -0.5 | 9.080 | 1.3 | 9.500 | 8.3 |

Nummer:
Int. Cl. 5:
Offenlegungstag:

DE 40 38 274 A1
H 01 B 1/20
6. Juni 1991

FIG. II

| | | INITIAL @ RM TEMP. | INITIAL @ 60°C/90% RH | % INCR | 65 HR 60°C/90% RH | % INCR | 453 HR 60°C/90% RH | % INCR | 1096 HR 60°C/90% RH | % INCR |
|---------------|--------|-----------------------|--------------------------|-----------|----------------------|-----------|-----------------------|-----------|------------------------|-----------|
| IPA CLEANED | | | | | | | | | | |
| | CHIP | 4:00 PM | 4:30 PM | | 9:30 AM | | 1:00 PM | | 8:00 AM | |
| | HEIGHT | | | | | | | | | |
| | 68 | 13.720 | 14.850 | 11.6 | 14.800 | -0.5 | 15.030 | 1.7 | 15.830 | 9.0 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.520 | 1.650 | 9.2 | 1.680 | 1.9 | 1.740 | 5.8 | 1.830 | 9.5 |
| | 44 | 8.520 | 9.220 | 12.7 | 9.340 | 1.9 | 9.600 | 6.1 | 10.210 | 15.9 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 12.620 | 13.550 | 10.8 | 13.810 | 2.7 | 14.190 | 6.7 | 15.040 | 15.6 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.540 | 1.680 | 9.7 | 1.680 | 0.0 | 1.670 | -0.6 | 1.700 | 1.3 |
| | 44 | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 10.170 | 11.110 | 15.2 | 11.260 | 2.1 | 11.520 | 5.8 | 12.040 | 13.1 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.570 | 1.700 | 8.8 | 1.700 | 0.0 | 1.680 | -1.3 | 1.690 | -0.6 |
| | 44 | 6.930 | 7.540 | 15.5 | 7.540 | 0.0 | 7.640 | 2.2 | 7.910 | 8.1 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 9.220 | 10.090 | 16.7 | 10.170 | 1.3 | 10.330 | 3.9 | 10.660 | 7.9 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.540 | 1.660 | 8.3 | 1.690 | 1.9 | 1.750 | 5.8 | 1.910 | 13.8 |
| | 44 | 5.940 | 6.470 | 18.0 | 6.460 | -0.3 | 6.570 | 2.9 | 6.750 | 8.1 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 8.790 | 9.600 | 16.9 | 9.610 | 0.2 | 9.680 | 1.4 | 9.950 | 6.2 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.480 | 1.610 | 9.4 | 1.630 | 1.3 | 1.630 | 1.3 | 1.670 | 2.6 |
| | 44 | 5.530 | 6.030 | 19.8 | 6.070 | 1.3 | 6.190 | 5.3 | 6.410 | 12.5 |
| | | | | | | | | | | |
| | 68 | 8.900 | 9.710 | 16.5 | 9.740 | 0.5 | 9.890 | 3.2 | 10.150 | 7.7 |
| 140°C/ 10 MIN | res | 1.500 | 1.620 | 8.6 | 1.620 | 0.0 | 1.600 | -1.3 | 1.620 | 0.0 |
| | 44 | 6.670 | 7.240 | 15.5 | 7.260 | 0.5 | 7.410 | 4.0 | 7.730 | 11.6 |

| TUF-1.56 | | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 1031 HR | % |
|---------------|-----|--------|-----------|-------------|------|-------------|-------|
| | | | RM TEMP. | 60 C/90% RH | INCR | 60 C/90% RH | INCR |
| | | | 7/25/90 | 7/25/90 | | 9/6/90 | |
| | | CHIP | 4:00 PM | 5:00 PM | | 4:00 PM | |
| | | HEIGHT | | | | | |
| 1 | 68 | 5.5 | 28.130 | 29.970 | 7.6 | 27.850 | -8.2 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 5.770 | 6.250 | 8.5 | 2.500 | -6.1 |
| | 44 | 0.5 | 20.710 | 21.730 | 5.8 | 18.270 | -18.5 |
| | | | | | | | |
| 2 | 68 | 2.5 | 23.800 | 25.230 | 7.2 | 20.430 | -22.6 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 1.230 | 1.430 | 17.7 | 1.400 | -2.3 |
| | 44 | 1.5 | 13.810 | 14.230 | 3.9 | 12.680 | -13.8 |
| | | | | | | | |
| 3 | 68 | 3.3 | 25.540 | 26.990 | 6.7 | 20.730 | -27.2 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 1.050 | 1.270 | 23.2 | 1.250 | -1.7 |
| | 44 | 1.0 | 11.520 | 12.420 | 10.6 | 11.140 | -13.6 |

FIG. 12

| CAL POLYMER | | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 429.5 HR | % |
|---------------|-----|--------|-----------|-------------|------|-------------|-------|
| W/1.05% | | | RM TEMP. | 60 C/90% RH | INCR | 60 C/90% RH | INCR |
| | | | | | | | |
| | | CHIP | 5:00 PM | 6:00 PM | | 3:30 PM | |
| | | HEIGHT | | | | | |
| 1 | 68 | 3.8 | 26.840 | 29.270 | 10.6 | 25.770 | -13.9 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 3.230 | 3.700 | 15.0 | 3.660 | -1.1 |
| | 44 | 4.5 | 14.810 | 16.170 | 11.5 | 14.420 | -13.3 |
| | | | | | | | |
| 2 | 68 | 5.3 | 24.540 | 26.350 | 8.8 | 22.960 | -15.2 |
| 140 C/ 10 MIN | res | | 3.070 | 3.560 | 16.5 | 3.520 | -1.2 |
| | 44 | 4.0 | 14.250 | 15.780 | 13.6 | 14.200 | -12.4 |

FIG. 13

| SR900 | | | INITIAL @ | INITIAL @ | % | 192.5 HR | % |
|--------------|-----|--------|-----------|-------------|-------|-------------|-------|
| | | | RM TEMP. | 60 C/90% RH | INCR | 60 C/90% RH | INCR |
| | | | 9/24/90 | 9/24/90 | | 10/2/90 | |
| | | CHIP | 2:00 PM | 3:30 PM | | 4:00 PM | |
| | | HEIGHT | | | | | |
| 1 | 68 | 2.5 | 42.540 | 90.490 | 124.4 | 95.79 | 6.1 |
| 140 C/30 MIN | res | | 3.310 | 3.910 | 18.7 | 4.07 | 4.2 |
| | 44 | 4.0 | 22.480 | 52.850 | 155.9 | 48.5 | -8.7 |
| | | | | | | | |
| 2 | 68 | 2.5 | 42.280 | 79.000 | 95.9 | 85.49 | 8.7 |
| 140 C/30 MIN | res | | 2.940 | 3.690 | 26.4 | 3.91 | 6.1 |
| | 44 | 4.0 | 26.020 | 61.170 | 152.7 | 51.15 | -17.2 |
| | | | | | | | |
| 3 | 68 | 3.0 | 57.860 | 104.670 | 86.9 | | |
| 140 C/30 MIN | res | | | | | | |
| | 44 | 1.5 | 26.300 | 101.900 | 324.5 | 57.05 | -45.3 |

FIG. 14